

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию

Каракозова Батыржана Кумекбаевича

«Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса на основе *Ti-Al-Nb*, полученных *SPS* спеканием», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 - Материаловедение (в машиностроении)

Актуальность избранной темы

Материалы на основе алюминидов титана с орторомбической фазой Ti_2AlNb имеют широкую область гомогенности. Алюминиды титана системы *Ti-Al-Nb* являются гидридообразующими, это дает им существенное преимущество при использовании в качестве материалов-накопителей водорода.

Одним из эффективных методов получения высококачественных изделий из порошковых материалов является *Spark Plasma Sintering* (*SPS*). Кратковременность высокотемпературного воздействия на порошковую смесь, оптимальное соотношение режимов нагрева и деформации материала, а также особенности прохождения электрического тока через порошковую смесь позволяют получать высокопрочные изделия, отличающиеся мелкозернистой структурой, малой пористостью и низкими значениями механических напряжений. Кинетика физико-химических процессов, протекающих при *SPS*-спекании, позволяет ограничить рост зерен в материале. Это имеет принципиальное значение в плане создания объемных наноматериалов для водородопоглощения.

Полученные методом *SPS* материалы обладают высоким уровнем однородности структуры, близкой к теоретической плотности, а также уникально высокими механическими и эксплуатационными свойствами, что позволяет отнести данные материалы к новому классу конструкционных материалов.

Однако, материалы на основе алюминидов титана с орторомбической фазой Ti_2AlNb , полученные методом *SPS*, не изучены в достаточной степени. Более того, практически не изучены их абсорбционные свойства.

На основании вышеизложенного, проблемы получения и исследования структурно-фазовых состояний материалов на основе системы *Ti-Al-Nb*, полученных методом *SPS*, являются весьма актуальными.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Цель работы и решаемые задачи сформулированы обосновано, соответствуют современному направлению развития материалов в области машиностроения и водородной энергетики.

Диссертантом проведены исследования, закономерностей формирования структуры и свойств гетерофазных материалов интерметаллидного класса, полученных методом *SPS*-спекания из порошковых смесей *Ti-Al-Nb* с орторомбической фазой - Ti_2AlNb , изучены изменения структурно-фазового состояния спеченного состава до и после наводороживания.

Для достижения поставленной цели решались следующие основные задачи: определение технологических режимов процесса *SPS* для компактирования порошковой системы *Ti-Al-Nb* и установление влияния режимов спекания на микроструктуру получаемых материалов; исследование структуры, фазового состава и морфологии интерметаллидов; исследование структурно-фазового состояния и тонкой структуры спеченной порошковой в процессах абсорбции-десорбции водорода; разработка практических рекомендаций по использованию результатов исследования.

Сформулированные в работе научные положения, выводы и рекомендации соответствуют названию, цели и задачам диссертационного исследования.

Достоверность результатов исследований

Достоверность результатов экспериментальных исследований обеспечена применением современного высокоточного испытательного и аналитического оборудования. Представленные в работе численные значения результатов экспериментов получены с использованием статистических

методов оценки погрешности измерения. Структура и фазовый состав материалов изучались с использованием современных взаимодополняющих, апробированных экспериментальных методов.

Обоснованность выводов и рекомендаций работы подтверждена публикациями и обсуждениями результатов исследований на крупных научно-технических форумах.

Значимость для науки и практики полученных автором результатов

В качестве наиболее важных научных результатов можно указать следующее:

1. Определены режимы SPS обеспечивающие формирование интерметаллидных соединений Ti_3Al , Nb_2Al и Ti_2AlNb (с орторомбической фазой). При этом получаемый материал максимально приближен, по своим свойствам, к теоретической плотности композита ($4,9 \text{ г/см}^3$).

2. Установлено, что с увеличением температуры спекания от 1100°C до 1550°C происходит увеличение содержания орторомбической Ti_2AlNb -фазы от 13 до 47 масс.%. При этом наблюдается уменьшение содержания свободных (непрореагировавших) частиц титана и ниобия до 4 мас.%.

3. Изучены изменения структурно-фазового состояния спеченного состава на основе системы Ti-Al-Nb до и после наводороживания. Установлено, что процесс поглощения и выделения водорода материалом на основе системы Ti-Al-Nb наиболее эффективен при низком давлении (45 Торр).

4. Разработаны практические рекомендации применения метода SPS для получения материалов на основе интерметаллических соединений Nb_2Al , Ti_3Al с орторомбической Ti_2AlNb -фазой.

5. Получен патент РК на изобретение «Способ получения материала геттера на основе титан-алюминий-ниобий», конечным результатом которого является получение интерметаллида с образованием Ti_2AlNb -фазы на основе орторомбической решетки, который перспективен для водородопоглощения.

О практической ценности работы говорит и то, что она выполнялась в рамках межгосударственного проекта по водородной энергетике при участии Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт «Прометей» (ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, РФ) и государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии» (ГНУ ИПМ, Минск, Республика Беларусь), Республиканского государственного предприятия «Национальный ядерный центр» РК, (РГП НЯЦ РК, г. Курчатов, РК); государственного Задания № 11.1085.2017/4.6 на НИОКР Министерства образования и науки Российской Федерации.

Результаты работы внедрены.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Полученные результаты и выводы работы могут быть рекомендованы для:

- дальнейшего исследования влияния термодинамического сорбционного процесса на структурно-фазовые состояния и физико-механические свойства материалов на основе системы Ti₃Al-Nb, полученных SPS-спеканием;

- совершенствования и разработки инновационных технологий по увеличению удельной поверхности материалов и повышению сорбционных свойств;

- разработки наиболее экономичных и эффективных материалов-геттеров на основе системы Ti-Al-Nb для хранения и транспортировки водорода.

Содержание диссертации, ее завершенность

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и приложений. Работа изложена на 139 страницах основного текста, включая 43 рисунка, 17 таблиц и список литературы из 168 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы и степень её разработанности, сформулированы цель, основные задачи и методы исследования, отражены научная новизна, положения, выносимые на защиту, практическая значимость работы, степень достоверности и апробация полученных результатов.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы, который состоит из двух основных разделов. Показаны перспективность и востребованность получения материалов с орторомбической фазой Ti_2AlNb на основе системы $Ti-Al-Nb$ в различных отраслях промышленности, в том

числе в альтернативной энергетике. Особое внимание уделено вопросам формирования материалов с орторомбической Ti_2AlNb -фазой с использованием метода *SPS*.

Во второй главе дано описание исходных материалов, методик исследования и используемого оборудования.

В третьей главе представлены результаты влияния температуры спекания на механические свойства, микроструктуру и структурно-фазовое состояние материалов на основе *Ti-Al-Nb*, полученных методом *SPS*. В результате исследования были определены оптимальные температуры спекания сплавов на основе *Ti-Al-Nb* в выбранном соотношении смеси.

Четвертая глава посвящена выбору оптимального режима абсорбции-десорбции водорода в сплавах на основе *Ti-Al-Nb* и исследованию их структурно-фазового состояния после процесса абсорбции-десорбции.

Пятая глава посвящена разработке рекомендаций по оптимизации технологии и применению высокосорбционных гетерофазных материалов на основе системы *Ti-Al-Nb*.

Полученные при выполнении работы данные используются в Филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК при выполнении научно-исследовательских работ по теме: «Исследование и разработка процессов высокомогущного воздействия концентрированных потоков энергии для формирования поверхностных слоев с аморфной, нанокристаллической и интерметаллидной структурой для изделий, используемых в водородной энергетике и промышленной экологии» в рамках пилотных межгосударственных инновационных проектов.

Результаты экспериментальных исследований, нашли свое применение в учебном процессе при реализации образовательных программ в области материаловедения, порошковой металлургии и композиционных материалов.

Акты внедрения результатов диссертационной работы представлены в приложении.

В конце каждой главы приведены краткие выводы. В **Заключении** сформулированы выводы и перспективы дальнейшего использования результатов работы.

Диссертация Каракозова Батыржана Кумекбасвича является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены новые результаты в области исследования и разработки гетерофазных материалов интерметаллидного класса из порошковых смесей *Ti-Al-Nb* с орторомбической фазой - Ti_2AlNb , путем спекания *SPS*-методом.

Диссертация написана грамотно и хорошо оформлена. Текст автореферата в достаточной мере отражает содержание диссертации. Полученные результаты соответствуют цели и задачам диссертационной работы и достаточно апробированы в статьях и докладах на конференциях.

По результатам диссертационной работы опубликованы 3 статьи в журналах, входящих в перечень изданий рекомендованных ВАК РФ, 2 статьи в журналах, входящих в базу данных *Web of Science* и *Scopus*, 6 статей в сборниках трудов и материалов Международных конференций, 1 патент Республики Казахстан.

Замечания по работе

1. В разделе «Теоретическая и практическая значимость работы» в п.3 на стр. 8 диссертации и на стр. 5 автореферата указано, что акты об использовании результатов диссертационной работы представлены в приложении В к диссертации. При этом акты приведены в двух приложениях Б и В.
2. В разделе «Влияние термической обработки на фазовый состав спеченного материала» на стр. 92-92 идет писание электролитно-плазменной обработки стали, что не имеет отношения к представленной работе.
3. В Актуальности (стр. 5 диссертации) дважды приводится один и тот же абзац.
4. В тексте диссертации присутствуют многочисленные опечатки в виде отсутствия пробелов между слов.
5. В диссертации недостаточно обоснован выбор состава порошков для спекания методом *SPS*, кроме того в обзоре приведено недостаточно информации по другим порошковым составам для спекания материалов – адсорберов водорода.
6. В разделе «2.1 Исходные материалы и состав шихты» не приводится процентное соотношение шихты.

7. Как производилась защита от кислорода при подготовке порошковой смеси в шаровой мельнице?
8. Не представлены выводы по главе 2.
9. Как автор делает вывод о фазовом составе спеченного образца только по данным результатов картирования, указывая фазы Ti_3Al , Nb_2Al и Ti_2AlNb (например, стр. 65)?
10. Чем автор объясняет «провал» в плотности материала, спеченного при $1000\text{ }^\circ\text{C}$? (рис 3.19 на стр. 76). Также рис. 3.19 приводится раньше, чем на него дается ссылка в тексте.

Заключение

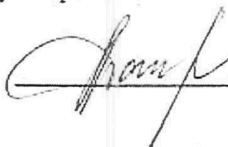
Диссертация в области исследования соответствует пунктам 2 и 4 паспорта научной специальности 05.16.09 - Материаловедение (в машиностроении):

П2. Установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих на границах раздела в гетерогенных структурах;

П4. Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых материалов, обладающих уникальными функциональными, физико-механическими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой.

Таким образом, диссертация Каракозова Батыржана Кумекбаевича является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, имеющие существенное значение для создания перспективных композиционных материалов, что соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, а ее автор заслуживает присуждения искомой ученой степени

Официальный оппонент,
кандидат технических наук,
доцент кафедры «Металлургия черных металлов»
«Юргинский технологический институт»
(филиал) Федерального государственного автономного
образовательного учреждения высшего образования
«Национальный исследовательский
Томский политехнический университет»



Сапрыкин Александр Александрович

652055, Кемеровская область, г. Юрга,
ул. Ленинградская, 26.
Тел. (38451) 77-761
e-mail: sapraa@tpu.ru

Всему моему уважению
28.11.2018
Марина Анатольевна

Ученый секретарь Юргинского технологического
института Томского политехнического университета

филиала) Национального исследова-

теля Марина Анатольевна

С уважением, Каракозов
29.11.2018
Александр 16. Каракозов