

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного
бюджетного учреждения науки Институт физи-
ки прочности и материаловедения Сибирского
отделения Российской академии наук (ИФПМ

Сопондент РАН

С. Г. Псахье

«08» ноября 2018 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации, федерального государственного бюджетного учре-
ждения науки

Института физики прочности и материаловедения СО РАН,
на диссертационную работу Каракозова Батыржана Кумекбаевича
«Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса
на основе Ti-Al-Nb, полученных SPS спеканием», представленную на соис-
кание ученой степени кандидата технических наук по специальности
05.16.09 – «Материаловедение в машиностроении»

Отзыв дается в соответствии с сопроводительным письмом диссерта-
ционного совета Д 212.173.13 на основании изучения диссертационной ра-
боты и автореферата доктором технических наук, профессором Овчаренко
Владимиром Ефимовичем.

На отзыв представлены:

Диссертация, состоящая из введения, пяти глав, заключения и прило-
жений. Работа изложена на 139 страницах основного текста, включая 43 ри-
сунка, 17 таблиц и список литературы из 168 наименований.

Автореферат, в котором изложены основные положения диссертации и
представлен список работ автора по теме диссертации, включающий 12 пуб-
ликаций.

1. Актуальность для науки и практики

Диссертационная работа Каракозова Б.К. посвящена исследованию закономерностей формирования структурно-фазового состояния гетерофазных сплавов на основе алюминидов титана, легированных ниобием Ti-Al-Nb, известных как гидридообразующие сплавы для накопления и хранения водорода. Традиционными технологиями получения указанных сплавов являются металлургические технологии и технологии порошковой металлургии. Современный уровень требований к производству титановых сплавов состоит в создании, развитии и применения таких технологических процессов, которые обеспечивают формирование в сплавах заданного уровня структурно-фазовых состояний, определяющих необходимые физические и прочностные свойства и обеспечивающие максимальный уровень функциональных свойств сплавов и изделий из них. Одной из таких технологий, разработанных и созданных в последние десятилетия, является технология электроискрового спекания, известная в практическом применении под аббревиатурой SPS - Spark Plasma Sintering. В результате прямого пропускания импульсов электрического тока через пресс-форму и порошковую прессовку удастся реализовать исключительно быстрый предварительный нагрев прессовки и ограничить рост зерна при спекании, формируя высокопрочные материалы с субмикронной и наноразмерной структурой при низких значениях внутренних напряжений.

В отечественной и зарубежной технической литературе сравнительно широко представлены данные экспериментальных исследований SPS титан-ниобиевых сплавов, ограниченных, как правило, исследованиями структуры сплавов и их прочностных. При этом остаются во многом открытыми вопросы основных функциональных свойств SPS-сплавов – сорбционных свойств SPS-сплавов и влияния процессов абсорбции-десорбции водорода на структурно-фазовое состояние интерметаллического сплава.

Актуальность и практическая значимость диссертационной работы Каракозова Б.К. состоит в проведении экспериментальных исследований и получении данных о закономерностях влияния температурных режимов SPS-спекания на формирование структурно-фазового состояния интерметаллического сплава Ti-Al-Nb, влияния термической обработки на фазовый состав спеченного сплава, исследовании процессов абсорбции-десорбции водорода интерметаллическим сплавом и их влияния на структурно-фазовое состояние сплава, в разработке рекомендаций относительно технологических парамет-

ров SPS-спекания Ti-Al-Nb сплавов и применения Ti-Al-Nb сплавов на практике в качестве накопителя водорода.

2. Основное содержание диссертационной работы

Во введении приведено обоснование актуальности темы диссертационной работы, представлены степень разработанности темы исследований, объект и предмет исследований, цель и задачи исследований, научная новизна результатов исследований, значимость диссертационной работы, выносимые на защиту положения, степень достоверности и апробация результатов диссертационной работы. Представлен личный вклад автора, публикации, структура и объем диссертации.

В первой главе диссертации представлен литературный обзор по теме исследований, показаны перспективность и востребованность сплавов титановых интерметаллических сплавов в различных отраслях промышленности, в том числе в альтернативной энергетике. Проведен краткий обзор технологии получения интерметаллидов на основе системы Ti-Al-Nb, в том числе методом SPS. Рассмотрен выбор оптимальных режимом получения Ti_2AlNb -фазы.

Во второй главе описаны исходные материалы, методики исследования и используемое оборудование.

В третьей главе представлены результаты влияния температуры спекания на механические свойства, микроструктуру и структурно-фазовое состояние (Ti-Al-Nb)-сплавов, полученных методом SPS. Также приведены результаты распределения элементов в микроструктуре и химический состав интерметаллических соединений в (Ti-Al-Nb)- сплавах, полученных при различных температурах спекания.

Четвертая глава посвящена исследованию режимов абсорбции-десорбции водорода в (Ti-Al-Nb)-сплавах и исследованию их структурно-фазового состояния после процедуры абсорбции-десорбции водорода.

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 и в учебном процессе при реализации образовательных программ в области материаловедения, порошковой металлургии и композиционных материалов.

В заключении представлены выводы, основные результаты диссертационной работы и перспективы дальнейшего развития исследования.

3. Основные научные результаты и их значимость для науки и производства

Основные научные результаты диссертационного исследования, обладающие новизной, относятся к результатам анализа процессов структурно-фазовых превращений, процессов адсорбции/десорбции водорода (Ti-Al-Nb)-сплавом после SPS-спекания и их влияние на структурно-фазовое состояние сплава.

1. В рамках заданной программы проведения SPS-спекания (Ti-Al-Nb)-сплава, при содержании в исходной порошковой смеси 23,5 ат.%Al и 21,0 ат.%Nb, в диапазоне температур 800 – 1550 °С при постоянных значениях времени спекания (5 минут), скорости нагрева исходной порошковой прессовки (100 °С/мин) и нагрузки на порошковую прессовку (12 кН) исследованы и выявлены закономерности формирования структурно-фазового состояния интерметаллического сплава.

2. Показано, что образование интерметаллических фаз в порошковой прессовке начинается при температурах выше 900 °С и при 1100 – 1300 °С в объеме порошковой прессовки образуются частицы интерметаллических соединений Ti_3Al , Nb_2Al и Ti_2AlNb в присутствии непрореагировавших остатков чистых элементов – Ti и Nb. Установлено, что с повышением температуры спекания до 1550 °С в (Ti-Al-Nb)-сплаве формируется состав из трех фаз: Ti_3Al , Nb_2Al , Ti_2AlNb при 4% Nb с преимущественным содержанием (до 47%) интерметаллида Ti_2AlNb .

3. Методами дифракционной микроскопии на просвет установлено, что в результате отжига 2 ч при 800 °С после SPS-спекания при 1550 °С в (Ti-Al-Nb)-сплаве формируется преимущественно интерметаллическое соединение Ti_2AlNb , при ограниченном содержании интерметаллида Ti_3Al .

4. Исследование при 1550 °С и отжига 2 ч при 800 °С показало, что максимальное выделение водорода составляет 85 % от общего объема водорода, сорбированного при температуре 550 °С, что в 4,5 раза и в 1,5 раза выше отдачи водорода циркониевым и магниевым сплавами, соответственно.

5. Выявлен рост интенсивности пиков 221 002 орторомбической фазы Ti_2AlNb в среде водорода. Установлено, что увеличение полуширины большей части дифракционных линий, в том числе средней интенсивности, связано с внедрением атомов водорода в кристаллическую решетку орторомбической фазы Ti_2AlNb .

Практическое значение результатов работы определяется техническими решениями по электроискровому спеканию, ориентированными на повышение сорбционной способности по водороду спеченных интерметаллических сплавов на основе алюминидов титана.

Значимость результатов диссертационной работы Б.К. Каракозова состоит в том, что установлены режимы SPS спекания порошковой смеси чистых элементов состава Ti-23,5ат. %Al-21ат. %Nb, обеспечивающие получение интерметаллического сплава на основе соединения Ti_2AlNb , обладающего свойствами водородоемких сплавов. Полученные результаты защищены патентом РК на изобретение «Способ получения материала геттера на основе титан-алюминий-ниобий» и могут быть использованы при создании высокоэффективных сплавов для абсорбции-десорбции водорода, применяемых в альтернативной энергетике.

Диссертационная работа Б.К. Каракозова выполнена 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). Часть исследований была выполнена в рамках государственного задания № 11.1085.2017/4.6 на НИОКР Министерства образования и науки Российской Федерации.

Результаты проведенных исследований апробированы и используются в НЯЦ РК г.Курчатов:

- технология получения орторомбической Ti_2AlNb -фазы и режимы спекания методом SPS;
- данные о структурно-фазовом состоянии алюминидов титана, полученных методом SPS;
- режимы процесса адсорбции-десорбции водорода.

Результаты исследования, полученные Каракозовым Б.К., используются в учебном процессе на факультете специальных технологий ФГБОУ ВО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова» при реализации образовательных программ в области материаловедения, порошковой металлургии и композиционных материалов (курсы «Композиционные материалы на основе металлов и методы их получения», «Покрyтия и

современные технологии их нанесения», «Нанотехнологии в машиностроении»).

Достоверность научных положений, результатов и выводов, приведенных в диссертационной работе, обеспечивается использованием современного аналитического и испытательного оборудования, уровень которого соответствует передовым лабораториям в области материаловедения. Структура и фазовый состав интерметаллических сплавов изучены с использованием современных физических методов исследования. Полученные в работе результаты не противоречат результатам исследований, выполненных другими авторами в области исследования SPS-технологии титановых сплавов.

Обоснованность выводов и рекомендаций работы подтверждена публикациями и обсуждениями результатов исследований на ряде научно-технических конференций.

Результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на XII международной конференции «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (Минск, 2016 г.); VII международной конференции «Семипалатинский испытательный полигон радиационное наследие и перспективы развития» (г. Курчатов, Казахстан, 2016 г.); V Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (Томск, 2016 г.); 10-м международном симпозиуме «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка» (Минск, 2017 г.); 6-м международном научном семинаре «Перспективные Технологии Консолидации Материалов с Применением Электромагнитных Полей» («Звенигородский» Московский обл. 2017 г.); «Всемирном Конгрессе ученых и инженеров WSEC-2017» (Астана, 2017 г.).

4. Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты выполненных Каракозовым Б.К. исследований позволяют сформулировать несколько рекомендаций по получению интерметаллических гетерофазных сплавов на основе алюминидов титана Ti_2AlNb :

- Для повышения однородности структурно-фазового состояния интерметаллического сплава на основе алюминидов титана Ti_2AlNb , с целью исключения содержания в сплаве зерен Ti_3Al -фазы, Nb_2Al и дисперс-

ных выделений Ti_2AlNb -фазы, необходимо повышение температуры процесса SPS до 1300 – 1550 °С, которое приводит к активизации процессов диффузии, образованию однородной структуры lamellarного типа и повышению содержания Ti_2AlNb -фазы в сплаве от 13 до 47 %;

- Для повышения эффективности процессов абсорбции/десорбции водорода в SPS интерметаллическом сплаве на основе алюминиды титана Ti_2AlNb необходим отжиг сплава при 800 °С в течение 2 часов, в результате которого происходит гомогенизация структуры сплава и в значительной степени увеличивается водородопоглощающая способность сплава.

Результаты диссертационной работы могут быть рекомендованы для использования в научно-образовательных учреждениях страны (национальный исследовательский Томский политехнический университет (г. Томск), Алтайский политехнический университет им. Ползунова (г. Барнаул), Сибирский государственный индустриальный университет (г. Новокузнецк), Уральский федеральный университет (г. Екатеринбург), в научных организациях, ориентированных на разработку новых материалов (Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Институт физики металлов УрО РАН (г. Екатеринбург)), на предприятиях химического машиностроения («БТ Химмаш» (г. Санкт-Петербург), «УралХимМаш» (г. Екатеринбург), а также в производственных компаниях, в цикле производства которых используются титановые гетерофазные интерметаллические сплавы.

5. Общие замечания

По работе в целом необходимо сделать следующие замечания:

1. Ни в автореферате, ни в диссертации явным образом не указывается личный вклад автора в составляющие представленной диссертации.
2. Обзор состояния исследуемой проблемы выполнен не критично, многие работы (в особенности монографии) рассмотрены схематично.
3. В диссертации представлен обширный материал по исследованию тонкой структуры SPS-спеченных (Ti-Al-Nb)-сплавов после отжига при 800°С. Но результаты исследования обсуждены крайне скудно, в итоге в работе отсутствует анализ количественного соотношения интерметаллических соединений в сплаве.
4. Из текста диссертации не совсем ясно, каким образом были выбраны оптимальные температурные диапазоны SPS-спекания порошков на основе

системы Ti-Al-Nb, обеспечивающие формирование интерметаллидных соединений Ti_3Al , Nb_2Al и Ti_2AlNb (с орторомбической фазой).

5. В работе отсутствует вывод о возможности (или невозможности) получения гетерофазного материала системы Ti-Al-Nb с орторомбической решеткой без остаточного титана.

6. В диссертационной работе практически отсутствует сравнительный анализ полученных результатов по эффективности SPS (Ti-Al-Nb)-сплавов в качестве накопителей водорода в ряду известных данных зарубежных исследований.

5. Заключение

Представленная к защите диссертация Каракозова Б.К. «Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса на основе Ti-Al-Nb полученных SPS спеканием» имеет как научную, так и практическую значимость. Автореферат и публикации в научных изданиях полностью отражают содержание диссертационной работы. Выводы по диссертации являются полными, логичными и обоснованными.

Диссертация Каракозова Б.К. представляет собой научно-квалификационную работу, удовлетворяющую критериям Положения о присуждении ученых степеней (п. 9). В работе изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения по получению методом SPS порошковых гетерофазных интерметаллических сплавов на основе титана, получены данные об адсорбционной способности SPS сплавов на основе алюминидов титана по водороду, имеющие значение для применения в водородной энергетике.

Автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении).

Диссертационная работа Каракозова Б.К. заслушана и обсуждена на научном семинаре в лаборатории композиционных материалов ИФПМ СО РАН.

Руководитель семинара,
заведующий лабораторией композиционных материалов ИФПМ СО РАН
д.т.н., профессор


Овчаренко Владимир Ефимович

Согласен за
Нагальник

И.А. Макушев

Адрес организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки **Институт физики прочности и материаловедения** Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН) Адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4 Телефон: +7 (3822) 49-18-81 Факс: +7 (3822) 49-25-76. E-mail: root@ispms.tomsk.ru

Поступил в совет 26.11.2018  Трешин А.С.

с отзывом ознакомлен
27.11.2018г.

 / Б. Каракозов.