

решение диссертационного совета от 23 сентября 2020 года № 102

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.02,

созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, о присуждении Устюхину Алексею Сергеевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Синтез и исследование свойств порошковых магнитотвёрдых сплавов системы Fe-Cr-Co», в виде рукописи, по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 18 декабря 2019 года, протокол № 97, диссертационным советом Д 002.060.02 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель УСТЮХИН Алексей Сергеевич, 1987 года рождения.

В 2010 году соискатель окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» с присуждением квалификации инженер по специальности «наноматериалы».

С 2010 по 2013 год обучался в аспирантуре МИТХТ им. М.В. Ломоносова, в настоящее время Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» по специальности 05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы.

С 2010 года работал в должности инженера-исследователя лаборатории физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов ИМЕТ РАН, в настоящее время работает в должности младшего научного сотрудника.

Диссертация выполнена в ИМЕТ РАН в лаборатории физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов.

Научный руководитель АЛЫМОВ Михаил Иванович, доктор технических наук, чл.-корр. РАН, заведующий лабораторией физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов ИМЕТ РАН, директор ИСМАН.

Официальные оппоненты:

ДЗИДЗИГУРИ Элла Леонтьевна доктор технических наук, доцент кафедры Функциональных наносистем и высокотемпературных материалов Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»;

СЕМЕНОВ Алексей Борисович кандидат технических наук, доцент кафедры «Литейные технологии» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (Национальный исследовательский университет)»;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», в своем положительном отзыве, составленном председателем совместного научно-технического совета Научного центра прецизионных сплавов и специальных материалов и Научно-производственного центра порошковой металлургии ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина кандидатом технических наук В.В. СОСНИНЫМ и секретарем НТС НПЦПМ и НЦПССМ Е.В. ПИМЕНОВЫМ и утвержденном Первым заместителем Генерального директора ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина, кандидатом технических наук В.А. УГЛОВЫМ указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, объёму выполненных исследований, полноте освещённости результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней».

Соискатель имеет 30 опубликованных научных работ, из них по теме диссертации 24 научные работы в том числе 6 статей в изданиях, входящих в перечень ведущих российских рецензируемых научных журналов, рекомендованных ВАК

Минобрнауки РФ и 3 переводные статьи в журналах, индексируемых в SCOPUS и WOS. Общий объем работ по теме диссертации составляет 5,9 печатных листов (авторский вклад 75%).

Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации и личный вклад автора:

1. A. S. Ustyukhin. Chromium Concentration Profiles in Vacuum-Sintered Fe–Cr–Co Alloys [Текст] / A. S. Ustyukhin, M. I. Alymov, P. M. Krishenik, Yu. V. Levinsky, S. A. Rogachev // *Inorganic Materials: Applied Research*, 2017, Vol. 8, No. 3, pp. 464–468. doi:/10.1134/S207511331703025X
2. Ustyukhin A.S. Improvement of Magnetic Properties by Hot Rolling of Sintered Powder Alloy in the Fe–Cr–Co System [Текст] / Ustyukhin A.S., Ankudinov A.B., Zelenskii V.A., Milyaev I.M., Alymov M.I. // *Doklady Physical Chemistry*, 2017, Vol. 476, No. 2, pp. 193–196. doi:/10.1134/S0012501617100074
3. Ustyukhin A.S. Improvement of Magnetic Properties by Hot Rolling of Sintered Powder Alloy in the Fe–Cr–Co System [Текст] / Ustyukhin A.S., Ankudinov A.B., Zelenskii V.A., Milyaev I.M., Ashmarin A.A., Alymov M.I. // *Doklady Physical Chemistry*, 2018, Vol. 482, No. 2, pp. 140–144. doi:/10.1134/S0012501618110027
4. Алымов М.И. Магнитные гистерезисные свойства Fe-26Cr-16Co порошковых магнитотвердых сплавов [Текст]. / Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А., Мильяев И.М., Юсупов В.С., Устюхин А.С. // *Физика и химия обработки материалов* 2011, №3, с. 34-37.
5. Устюхин А.С. Магнитные гистерезисные свойства Fe-26Cr-16Co порошковых магнитотвердых сплавов [Текст]. / Устюхин А.С., Алымов М.И., Мильяев И.М. // *Письма о материалах*, 2014, т. 4, №1, с. 59-61.
6. Устюхин А.С. Исследование распределения хрома в сплаве системы Fe–Cr–Co при спекании в вакууме [Текст]. / Устюхин А.С., Алымов М.И., Кришеник П.М., Левинский Ю.В., Рогачев С.А. // *Физика и химия обработки материалов*, 2016, № 3, с. 46-51.

7. Устюхин А.С. Низкотемпературное спекание и горячая прокатка магнитотвердого порошкового сплава системы Fe-Cr-Co [Текст]. / Устюхин А.С., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А., Миляев И.М., Алымов М.И. // Письма о материалах 2017. Т.7. №3. С.249-253.

8. Устюхин А.С. / Эффект повышения магнитных свойств при горячей прокатке спеченного порошкового сплава системы Fe-Cr-Co [Текст] / Устюхин А.С., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А., Миляев И.М., Алымов М.И. // Доклады Академии Наук, 2017, т. 476, № 6, с. 656–659.

9. Устюхин А.С. / Исследование фазового состава порошковых магнитотвердых сплавов Fe-30Cr-(8-24)Co, спеченных при различных температурных режимах [Текст] / Устюхин А.С., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А., Миляев И.М., Ашмарин А.А., Алымов М.И. // Доклады Академии Наук, 2018, т. 483, № 2, с. 170–174.

Личный вклад автора в перечисленных публикациях состоял в проведении экспериментов, анализе, обработке данных и интерпретации полученных результатов.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

Заведующего лабораторией физики наноструктурных функциональных материалов ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН, доктора физико-математических наук, профессора Кулькова Сергея Николаевича; Заслуженного деятеля науки РФ, профессора кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов ФГАОУ ВО «ННТУ «МИСиС», доктора технических наук Рыжонкова Дмитрия Ивановича; Профессора кафедры «Материаловедение» ФГБУ ВО «МГТУ им. Н.Э. Баумана», доктора технических наук Кургановой Юлии Анатольевны; Профессора кафедры механики композиционных материалов и конструкций, научного руководителя Научного центра порошкового материаловедения Пермского национального исследовательского политехнического университета, доктора технических наук Оглезневой Светланы Аркадьевны; Ведущего научного сотрудника лаборатории «Наноматериалы и нанотехнологии» ИПСМ РАН, доктора технических наук Корзниковой Галии Фердинандовны; Директора Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического

университета, доктора технических наук, профессора Хасанова Олега Леонидовича; Заведующего кафедрой физики ФГБОУ ВО «УГАТУ», доктора физико-математических наук, профессора Александрова Игоря Васильевича.

Все отзывы положительные. В отзывах содержатся критические замечания, например:

- к замечаниям можно отнести вывод на стр. 11, что скорость охлаждения не влияет на величину коэрцитивной силы, хотя из рис. 2 видно, что такое влияние наблюдается до скоростей порядка $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{час}$;

- на рис. 3 приведено изменение коэрцитивной силы и максимального энергетического произведения с температурой. Говорится о температуре спекания $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, а графики начинаются с $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$;

- разработка способа получения, обозначенная в цели работы, предполагает оформление документов на интеллектуальную собственность. Из автореферата непонятно, инициирована ли эта процедура;

- из автореферата не ясно, что действительно оказало влияние на повышение относительной плотности и коэрцитивной силы сплава Fe-Cr-Co: синергетическое воздействие вольфрама и молибдена по 2 масс. % или суммарное количество легирующих – 4%;

- на стр. 13 и 18 указано, что образцы для элементного анализа закаливали на однофазный α -твёрдый раствор, однако температура нагрева под закалку не указана;

На все критические замечания даны подробные и исчерпывающие ответы (см. стенограмму).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области порошковой металлургии и композиционных материалов и способностью определить научную и практическую ценность представленной в диссертационный совет диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- Определен оптимальный с точки зрения магнитных гистерезисных свойств (коэрцитивная сила H_c , остаточная индукция B_r , максимальное энергетическое произведение $BH_{(max)}$) температурный диапазон ($1300 - 1330\text{ }^{\circ}\text{C}$) спекания порошкового

средне-кобальтового сплава Fe-26Cr-16Co (масс. проценты). Исследовано влияние остаточной пористости и испарения хрома в ходе спекания на магнитные свойства сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W. В интервале температур спекания 1200 – 1330 °C магнитные свойства возрастают на 10 – 15% при увеличении относительной плотности с 94 до 98%, а в интервале температур спекания 1330 – 1420 °C магнитные свойства снижаются: H_c и B_r – на 5-10%, $BH(max)$ – на 10-15% из-за испарения хрома. Установлена воспроизводимость магнитных свойств сплава, спеченных в интервале температур 1300 – 1360 °C, при изменении скорости охлаждения в магнитном поле при ТМО в широком интервале 40 – 180 °C/ч. Установлено, что в исследуемых сплавах, спеченных при температуре ниже 1200 °C, после закалки на однофазный α -твёрдый раствор сохраняется значительная доля немагнитной γ -фазы, что вызывает увеличение остаточной пористости, возникновение химической неоднородности и резкое снижение магнитных свойств;

- Разработан способ получения высокоплотных порошковых магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co – включающий комбинацию низкотемпературного спекания с последующей горячей прокаткой. Показано, что применение горячей прокатки после низкотемпературного спекания позволяет получать плотный технически пригодный магнитотвердый порошковый материал с плотностью 97 – 98%, что сопоставимо с порошковыми аналогами, спеченными при температурах около 1400 °C;

- Предложена математическая модель, описывающая нестационарный процесс диффузии и испарения хрома с открытой поверхности в ходе вакуумного спекания порошковых сплавов системы Fe-Cr-Co.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- Расширены малоизученные аспекты, связанные с диффузией и испарением компонентов порошковых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co. Исследован процесс испарения хрома в ходе вакуумного спекания порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W. Качественное совпадение экспериментальных и теоретических результатов подтверждает применимость разработанной математической модели, где процессы диффузии и испарения хрома описываются экспоненциальным законом Аррениуса и законом Ленгмюра, соответственно;

- При математическом моделировании процессов диффузии и испарения хрома в ходе спекания установлено, что наибольшая скорость испарения хрома развивается на первых минутах спекания;

- Разработанная модель может быть использована при определении оптимальных температурно-временных условий спекания различных сплавов системы Fe-Cr-Co, что особенно актуально при получении малогабаритных порошковых заготовок;

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- Полученные результаты работы апробированы в специализированной организации АО «Спецмагнит»;

- Сохранение высокого уровня магнитных свойств при снижении температуры спекания до 1200 °С позволяет снизить энергозатраты и износ технологического оборудования при производстве Fe-Cr-Co сплавов методом порошковой металлургии, что расширяет перспективы данной технологии особенно в мелкосерийном производстве этих сплавов;

- На основании полученных результатов сделаны выводы о необходимости контроля фазового состава при спекании порошковых Fe-Cr-Co сплавов. Для низкотемпературного спекания рекомендуется использовать Fe-Cr-Co сплавы с пониженным содержанием кобальта и повышенным содержанием хрома.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ результаты измерений магнитных и механических свойств получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных измерительных приборов: гистерезисграф Permagraph L EP-3, установка для механических испытаний Instron 3382. Рентгеновские и микроскопические исследования проводились на сертифицированном оборудовании: оптический микроскоп OLYMPUS PME-3, сканирующий микроскоп TESCAN VEGA II SBU с приставкой INCA Energy, рентгеновский микроанализатор JEOL Superprobe JCXA-733 с приставкой INCA Energy, рентгеновский дифрактометр SHIMADZU XRD-6000;

- теория построена на известных, проверяемых данных, полученных по результатам исследований магнитных и механических свойств Fe-Cr-Co сплавов, процессов диффузии и испарения хрома при спекании, описывающихся экспоненциальным

законом Аррениуса и законом Ленгмюра, соответственно, и согласуется с опубликованными данными исследований сплавов системы Fe-Cr-Co и других материалов, близких по составу и характеристикам к изучаемой в диссертации системе;

- идея базируется на анализе и обобщении практического и теоретического международного опыта исследования магнитных и механических свойств, структуры и фазового состава сплавов системы Fe-Cr-Co, применения магнитотвердых материалов на основе системы Fe-Cr-Co, методов их получения и модификации, базирующихся на литейной и порошковой технологии за последние несколько десятилетий;

- использованы данные о магнитных свойствах сплавов системы Fe-Cr-Co, приведенных в научных исследованиях и стандартах, используемых предприятиями-производителями магнитотвердых материалов. Уровень магнитных свойств, полученных в диссертационной работе порошковых сплавов системы Fe-Cr-Co соответствует вышеуказанным данным;

- установлено качественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике;

- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации на базе прикладных программ (Perma, LECO IA-32, INCA и т.д.) для сертифицированного оборудования. Для обработки массивов экспериментальных данных и оформления графического материала в работе использовалась программа OriginPro 8 и средства комплекта Microsoft Office.

Личный вклад соискателя состоит в:

- все вошедшие в диссертационную работу результаты получены лично автором, либо при его непосредственном участии. При подготовке диссертации автор лично проводил эксперименты по смешению, прессованию, спеканию и измерению плотности порошковых изделий на основе системы Fe-Cr-Co, принимал участие при проведении термообработки, измерении магнитных свойств, в рентгеновских и микроскопических исследованиях, в механических испытаниях на растяжение и разработке математической модели. Анализ и обработка экспериментальных данных проводились лично автором;

- при подготовке научных публикаций по теме диссертации интерпретация основных научных результатов осуществлялась с соавторами публикаций.

Тема диссертации, а также ее проблематика и содержание, соответствуют паспорту специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы (области исследований п.2, п.5 и п.6).

Диссертация Устюхина Алексея Сергеевича представляет собой научно-квалификационную работу, в которой решена актуальная задача создания деформируемых высокоплотных порошковых магнитотвердых материалов на основе сплавов системы Fe-Cr-Co при пониженных температурах спекания, что способствует развитию мелкосерийного производства изделий из Fe-Cr-Co порошковых сплавов, которые могут применяться в машиностроении, приборостроении и электронной промышленности, что имеет существенное значение для развития страны.

На заседании 23 сентября 2020 г. диссертационный совет принял решение присудить Устюхину Алексею Сергеевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 9 докторов наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени - 18, против присуждения учёной степени – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного
совета Д 002.060.02, д.т.н.,
член-корреспондент РАН



Г.С.Бурханов

Ученый секретарь диссертационного
совета Д 002.060.02, д.т.н.



И.Е.Калашников

23 сентября 2020 г.

Подпись Г.С. Бурханова и И.Е. Калашникова заверяю:
Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



О.Н. Фомина