

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80
E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702
ИНН/КПП 7736045483/773601001

05.03.2020 г. № 12202-9216-149

На № _____

г Председателю диссертационного совета НИТУ

«МИСИС» по специальности 05.16.01. Мухину С.И. г

«Утверждаю»

Зам. Директора по
научной работе, к.т.н.


Банных И.О.
«12» февраля 2020 г.


Отзыв

Ведущей организации на диссертацию Цаплевой Анастасии Сергеевны «Структура и свойства сверхпроводников на основе диборида магния и разработка режимов их изготовления», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов».

Актуальность темы исследования

Диссертационная работа Цаплевой Анастасии Сергеевны посвящена решению актуальной проблемы по получению композиционных сверхпроводников на основе MgB_2 . Полученные в работе результаты позволят получить композиционные материалы, отвечающие современным требованиям.

В работе рассмотрены различные аспекты получения сверхпроводников на основе MgB_2 , материаловедческого и технологического характера, отдельные вопросы совершенствования конструкции сверхпроводников. Преимуществом работы является комплексный подход при исследовании как исходных материалов, так и композита в целом на разных стадиях его изготовления с использованием различных методов. Это позволило автору работы обосновать разработанные элементы конструкции сверхпроводника и технологические режимы его изготовления. Используемые методы включают металлографический анализ с помощью оптической и сканирующей электронной микроскопии образцов композитов, отобранных на разных этапах деформации, изучение твердости и механических свойств материалов, использованных при изготовлении сверхпроводников (ниобия, титана). Существенная роль отведена рентгенофазовому анализу как порошков магния, бора и диборида магния, так и порошковой сердцевине готового сверхпроводника после различных режимов термообработок. Автор широко и умело использовал разные методы измерения электрофизических характеристик сверхпроводника при криогенных температурах, таких как критическая температура и критический ток.

Оценка структуры и содержания работы

Содержание и структура диссертации находятся в логической связке и соответствуют поставленной цели исследования, критерию внутреннего единства.

Диссертационная работа Цаплевой Анастасии Сергеевны состоит из 5 глав. Глава 1 содержит обзор литературы по теме исследований с описанием особенностей сверхпроводников на основе MgB_2 , способов их получения и области применения. Рассмотрены требования к исходным материалам, методы получения сверхпроводящего порошка MgB_2 и описаны электрофизические свойства сверхпроводящих композиционных проволок. Глава 2 содержит методики измерения критического тока и критической температуры сверхпроводников, проведение рентгенофазового анализа порошков и сверхпроводящих композиционных проволок. В главе 3 описаны результаты исследования структуры и фазового состава порошков различных композиций, получаемых после термообработки отечественных исходных порошков магния и бора аморфного при температурах от 750 до 900 °С. Анализ полученных результатов позволил определить оптимальный режим компактирования порошков, а также температуру и длительность синтеза.

В главе 4 рассматривается эволюция микроструктуры ниобиевого диффузионного барьера двух конструкций в составе композиционных сверхпроводников, а также изменение его микротвердости. Показано, что для исследованных в данной работе трех конструкций одноволоконных сверхпроводников с ниобиевым диффузионным барьером, предпочтительным является использование цельнометаллической ниобиевой трубки, в качестве диффузионного барьера, и медной трубки, в качестве материала внешней медной стабилизационной оболочки.

Результаты исследования микроструктуры и механических свойств титановой оболочки в составе одноволоконного композиционного сверхпроводника позволили определить оптимальный режим промежуточного отжига для снятия деформационного упрочнения оболочки и максимальную степень деформации между этими отжигами.

В главе 5 рассмотрены электрофизические свойства одноволоконных сверхпроводников, полученных по методу «порошок в трубе», вариант *in-situ* и *ex-situ*, и фазовый состав порошковой сердцевины в составе этих сверхпроводников после различных режимов термообработки. Анализ полученных результатов показал, что оптимальной температурой термообработки сверхпроводников с ниобиевым диффузионным барьером, изготовленных по методу «порошок в трубе», вариант *in-situ*, является 650 °С, а длительность не менее 5 ч. Установлено, что после термообработки сверхпроводника с титановой оболочкой, полученного по методу «порошок в трубе», вариант *in-situ* при температуре 700 °С значение критической температуры сверхпроводника составляет 38 К, что почти равно критической температуре чистого сверхпроводящего соединения – 39 К.

Новизна полученных результатов

В работе получены новые данные об особенностях образования фазы MgB_2 при температурах от 750 до 900 °С при использовании отечественных порошков бора аморфного марки Б99-Б и магния марки МПФ-4.

Изучено влияние материала диффузионного барьера (ниобий и титан) на процесс спекания частиц MgB_2 при заключительной термообработке сверхпроводников, полученных по методу «порошок в трубе» вариант *ex-situ*, в интервале температур 750 – 1000 °С. Показано, что критическая температура сверхпроводников после термообработки при температуре 900 °С, 1 ч составляет 37,5 и 38,1 К при использовании ниобиевого и титанового диффузионного барьеров,

соответственно. Установлено, что при увеличении длительности термообработки с 15 до 30 мин при температуре 650 °С количество соединения MgB_2 в сверхпроводниках с ниобиевым диффузионным барьером увеличивается на 7%, а критическая температура сверхпроводника возрастает с 36,5 до 37,2 К. Показано, что при увеличении температуры термообработки с 650 °С до 700 °С критическая температура сверхпроводника с титановой оболочкой возрастает с 37,6 до 38,4 К.

Новизна полученных результатов подтверждается двумя патентами Российской Федерации на изобретение и двумя патентами Российской Федерации на полезную модель.

Степень достоверности результатов исследования

Достоверность полученных результатов обеспечена использованием современных методов исследования. Результаты исследования опубликованы в реферируемых научных изданиях из перечня ВАК и журналах, входящих в международные базы, а также апробированы на всероссийских и международных конференциях.

Теоретическая и практическая значимость результатов, полученных автором диссертации

В работе определены оптимальные режимы получения сверхпроводящего соединения MgB_2 из отечественных порошков магния и бора, в том числе параметры компактирования, температуры и длительности синтеза. Показаны особенности формирования сверхпроводящего соединения – диборид магния в составе сверхпроводников, полученных методом «порошок в трубе», вариант *in – situ*, в зависимости от материала диффузионного барьера/оболочки. Сформулированы рекомендации по материалам, технологии изготовления и конструкциям диффузионных барьеров. Определены оптимальные режимы термообработки сверхпроводников, полученных по методу «порошок в трубе», варианты *in-situ* и *ex-situ*.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты работы вносят значительный вклад в развитие материаловедения сверхпроводящих материалов и могут быть использованы в организациях, ведущих исследования и разработку новых функциональных материалов: ИМЕТ РАН (г. Москва), ИФМ УРО РАН (г. Екатеринбург), АО «ВНИИНМ», ГБОУ МИСиС и других. Результаты могут быть использованы на промышленных предприятиях, например, АО ЧМЗ.

Замечания по диссертационной работе

В качестве замечаний к диссертационной работе можно отметить то, что работе отсутствуют исследования по разработке композиционных сверхпроводников на основе легированного соединения диборида магния. Данные исследования представляются весьма актуальными в свете последних достижений материаловедения сверхпроводников. Однако, исследования влияния легирования на свойства сверхпроводников и разработка соответствующих конструкций и технологий может служить логичным продолжением данной работы, основываясь на изложенных А. С. Цаплевым результатах в данной диссертационной работе.

Еще одним замечанием является отсутствие детального описания принципов и особенностей разработки режимов деформирования композиционных материалов, содержащих порошковую сердцевину. Из литературных источников известно, что это весьма нетривиальная задача, поэтому данный вопрос может оказаться темой для еще одной диссертационной работы.

Все высказанные замечания не снижают общей оценки диссертационной работы А. С.

Цаплевой, а могут служить основаниями для дальнейшего развития исследований.

Заключение по диссертации о соответствии ее требованиям

Диссертация Цаплевой Анастасии Сергеевны на соискание ученой степени кандидата технических наук является научно – квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований разработаны рекомендации к технологическим режимам получения нового типа сверхпроводящих материалов. В целом диссертация выполнена на высоком научном уровне и соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», а ее автор Цаплева Анастасия Сергеевна заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов».

Диссертационная работа была заслушана на расширенном коллоквиуме лаб. №13 «Лаборатории кристаллоструктурных исследований» и получила высокую оценку (протокол заседания от 11.02.2020 г.)

Председатель коллоквиума,
Зав лаб. №13, д.ф-м.н.
Тел. 8-499-135-65-72
E- mail: Shamray@imet.ac.ru



Шамрай В.Ф.

«11» февраля 2020 г.

Институт металлургии и
Материаловедения им А.А. Байкова РАН
Россия, Москва, 119334, Ленинский пр-т., 49
тел.: +7 (499) 135-2060,
факс: +7 (499) 135-8680, imet@imet.ac.ru