

## **АННОТАЦИЯ**

диссертации на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 6D072300 – «Техническая физика»

**Кожухметова Ерната Абилхайыровича**

### **Изменения структурно-фазового состояния сорбционно-активного материала на основе системы Ti-Al-Nb в процессе термоциклирования**

В настоящее время во всём мире наблюдается повышенный интерес в научном, инструментальном и технологическом аспектах к глобальному переходу на водородную энергетику, где ключевыми моментами становятся технологии производства, хранения, транспортировки и извлечение водорода.

В этом плане данная работа посвящена решению серьезной и сложной научной проблемы, связанной с разработкой научных и прикладных основ создания водородаккумулирующих материалов на основе системы Ti-Al-Nb, для целей безопасного хранения и транспортировки химически чистого водорода

#### **Актуальность темы исследования**

В настоящее время, твердотельные системы хранения на основе гидридов металлов продемонстрировали большой потенциал для хранения водорода в больших количествах. Именно металлгидридные системы являются наиболее привлекательным вариантом для хранения водорода и выделяются надежными, компактными и многократно обратимыми свойствами. Тем не менее, технико-экономическая осуществимость систем хранения водорода еще не реализована, поскольку ни один из существующих гидридов металлов не удовлетворяет основным критериям для их практического использования. Связано это, главным образом, с их малой емкостью, медленной кинетикой и неприемлемыми температурами сорбции / десорбция водорода.

Синтез интерметаллидных сплавов на основе титана в ПМ является одним из перспективных направлений в области получения материалов для безопасного хранения водорода. На сегодняшний день активно ведутся работы по изучению интерметаллидов на основе алюминидов титана с высоким содержанием ниобия, т.к. роль ИМС системы Ti-Al-Nb как конструкционных материалов с каждым годом возрастает. Наряду с этим, данные ИМС системы Ti-Al-Nb еще и имеют хорошую расположенность к поглощению водорода и могут рассматриваться как кандидатные материалы для решения задач хранения водорода. Сплавы в этой системе обычно имеют низкую плотность, и поэтому они имеют большое преимущество в достижении потенциально большой водородной емкости. Из всех алюминидов титана ИМС на основе B<sub>2</sub>, Ti<sub>2</sub>AlNb, Ti<sub>3</sub>Al фаз, могут содержать и сорбировать достаточно объемное количество водорода. В особенности, интерметаллиды на основе фазы Ti<sub>3</sub>Al могут сорбировать большое количество водорода (4 мас. %). Однако, использованию подобных материалов в виде накопителей водорода препятствует их высокотемпературная стабильность при десорбции. Фазы на основе ОЦК (B<sub>2</sub>, Ti<sub>2</sub>AlNb), возникающие при добавлении Nb к Ti<sub>3</sub>Al, могут обладать еще большей способностью абсорбировать водород, поскольку слабоупакованные структуры на основе ОЦК

обычно превосходят плотноупакованные структуры на основе ГЦК и ГПУ в поглощении водорода. Этому способствуют образованные наноразмерные фазы, которые имеют большое количество пустот, заполняемых атомами водорода.

Вместе с тем, использование сплавов системы Ti-Al-Nb для хранения водорода требует проведения большого объема исследовательских работ, направленных на изучение ИМС с широким диапазоном регулируемых свойств. Свойства и структура ИМС на основе титана напрямую зависят от технологических приемов их получения, количества легируемого компонента и соотношения между компонентами в исходной шихте. В тоже время в научно-технической литературе отсутствуют данные о циклической устойчивости данных материалов при многократных процессах сорбции / десорбции. Для технического применения гидридов металлов и ИМС необходимы стабильность их свойств при длительном цикле, а также термостабильность при воздействии повышенных температур. Понятно, что в зависимости от содержания легируемых элементов, технологии получения и температурных режимов, возможно, получить различные гидридные системы с необходимой структурой и фазовым состоянием. Однако, рабочий ресурс гидридов металлов и ИМС для хранения водорода, можно определить только модельными испытаниями в лабораторных условиях.

**Цель настоящей работы:** установить закономерности формирования структурно-фазового состояния ИМС системы Ti-Al-Nb в процессе МА, ИПС и термоциклического сорбирования водородом.

Для достижения указанной цели были сформулированы и решены следующие задачи:

1. Изучить формирование фазового состава и структуры в порошковой композиции системы Ti-Al-Nb при МА;
2. Разработать способ получения водородаккумулирующих материалов из порошковой композиции системы Ti-Al-Nb;
3. Установить влияние режимов ИПС на формирование фазового состава и структуры механоактивированной порошковой композиции системы Ti-Al-Nb;
4. Экспериментально изучить влияние термоциклических процессов сорбции / десорбции водорода на структурно-фазовое состояние ИМС системы Ti-Al-Nb.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Формирования фазового состава и структуры порошковой композиции системы Ti-25Al-25Nb (at. %) в процессе МА.

МА в течении 20 мин. и 180 мин. при ускорении 650 об./мин. и 350 об./мин. соответственно, позволяет получать порошковую композицию системы Ti-Al-Nb с развитой дефектной структурой, с макро- и микроискажениями, высокой удельной поверхностью и реакционной способностью;

2. Особенности структуро- и фазообразования механоактивированных порошковых композиций системы Ti-Al-Nb в зависимости от температуры ИПС.

ИПС механоактивированных порошковых композиций системы Ti-25Al-25Nb (at.%) в течении 5 мин. и при 1300 °С приводит к образованию сплошной

микрооднородной, преимущественно двухфазной (O+B2) структуры, с высоким содержанием орторомбической NbAlTi<sub>2</sub> – фазы;

3. Значительная термическая стабильность структурно-фазового состояния и сорбционных свойств двухфазного (O+B2) сплава системы Ti-25Al-25Nb (at.%) в процессе термоциклирования.

Двухфазная (O+B2) структура сплава системы Ti-25Al-25Nb (at. %) в результате многократных (10 циклов) высокотемпературных процессов сорбции/десорбции (500/600°C) водородом (1,91 мас.%) не претерпевает значительных изменений.

**Научная новизна работы заключается в том, что в ней впервые:**

1. разработан способ получения водородаккумулирующих перезаряжаемых ИМС системы Ti-Al-Nb. Разработанный способ защищен патентом Республики Казахстан № 5809 от 29.01.2021 Бюл. №4;

2. получены данные по влиянию размеров частиц элементарных порошков в исходной шихте на структурообразование интерметаллидов титана в процессе МА и ИПС;

3. описаны и объяснены особенности формирования структуры и фазового состава механоактивированной порошковой композиции системы Ti-Al-Nb при ИПС;

4. получен двухфазный (O+B2) сплав системы Ti-Al-Nb обладающей высокой термической стабильностью структурно-фазового состояния и сорбционных свойств (1,91 мас.%).

**Объект исследования:**

Порошковая композиция системы Ti-Al-Nb после высокоэнергетических обработок и многократных процессов сорбции / десорбции.

**Предмет исследования:**

Особенности формирования ИМС Ti<sub>3</sub>Al, Ti<sub>2</sub>AlNb, Nb<sub>2</sub>Al и B<sub>2</sub> в порошковой композиции системы Ti-Al-Nb в процессе их МА и последующего ИПС, а также влияние термоциклических процессов сорбции / десорбции на структурно-фазовые состояния и свойства ИМС системы Ti-Al-Nb.

**Методы исследования:**

Для анализа структуры и фазового состояния исследуемых образцов использовали методы металлографического исследования с применением оптической, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, а также рентгеноструктурного анализа. Для определения элементного состава применялся метод рентгеноспектрального микроанализа. Определение эксплуатационных свойств ИМС проводилось на экспериментальной установке «ВИКА». Данная установка предназначена для проведения исследований материалов методом термодесорбции в интервале температур от 20 °С до 1500 °С.

**Практическая значимость работы:**

1. Применение технологических приемов предварительной МА с последующим ИПС, а также экспериментальные результаты по исследованию поведения ИМС системы Ti-Al-Nb в термоциклических процессах сорбции / десорбции могут быть использованы непосредственно при осуществлении

практической деятельности по направлению исследований по разработке способа получения водородоемких материалов на основе алюминидов титана.

2. Данные, полученные при реализации НИР в рамках диссертационной работы, могут быть использованы при объяснении характера структурных преобразований в процессе формирования композитов в неравновесных условиях, а именно в условиях быстрого нагрева и охлаждения, реализуемых при высокоэнергетической обработке порошковых композиции. А также дадут дополнительные знания по вопросам технологии создания новых конструкционных материалов с комплексом оптимальных свойств, используемых в области водородной энергетики, автомобильной и аэрокосмической промышленности.

3. Экспериментальные результаты по исследованию будут использованы непосредственно при осуществлении практической деятельности по направлению исследований по разработке способа получения водородоемких материалов на основе алюминидов титана в Национальном ядерном центре Республики Казахстан при выполнении научно-исследовательских работ по темам:

– «Разработка технологий производства и хранения водорода для развития альтернативной энергетики в Республике Казахстан» в рамках программно-целевого финансирования научных, научно-технических программ на 2021-2023 годы, ИРН BR10965284;

– «Исследование влияния различных температурно-временных параметров термической обработки на формирование комплекса свойств сплавов на основе орторомбического алюминидов титана» в рамках НТП «Развитие атомных и энергетических проектов в Республике Казахстан» на 2021-2023 г., ИРН BR09158470.

#### **Личный вклад автора:**

Автор непосредственно принимал участие в постановке задач исследования, лично анализировал патентный поиск и литературные данные, участвовал в проведении экспериментов и аналитических работ, выполнил статистическую обработку результатов. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов выполнены совместно с научными консультантами.

#### **Связь работы с научно-исследовательскими программами:**

Работа выполнена в рамках межгосударственного проекта и госбюджетной научно-исследовательской программы, где автор участвовал в качестве ответственного исполнителя:

– Межгосударственный проект по водородной энергетике (Внутренний номер соглашения 14.627.21.0003) при участии Федерального Государственного унитарного предприятия "Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов "Прометей" (ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, РФ), государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии» (ГНУ ИПМ, Минск, Республика Беларусь) и Республиканского государственного предприятия «Национальный ядерный центр» РК, (РГП НЯЦ РК, г. Курчатов, РК).

– Бюджетная программа «Развитие атомных и энергетических проектов» специфика «Прикладные научные исследования технологического характера в сфере атомной энергетики» по теме «Исследование перспективных материалов на основе системы Ti-Al-Nb для хранения и транспортировки водорода» (Номер госрегистрации - 0118РК01124) на 2018-2020 г.

#### **Степень достоверности результатов:**

Обеспечивается применением хорошо апробированных экспериментальных методов и методик исследования, большим количеством экспериментальных данных и их статистической обработкой. Основные результаты диссертации опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК, а также в рецензируемых зарубежных научных журналах, входящих в базу данных компаний ThomsonReuters и Scopus, и в сборниках материалов международных и отечественных конференций.

#### **Апробация результатов работы:**

Материалы работы доложены на 5 научно-технических конференциях и семинарах, в том числе:

1. XIV Международная научно-практическая конференция «Будущее атомной энергетики» (2018, Обнинск);
2. 14-ой Международная конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», (2020 Минск);
3. Международная конференция "Advanced materials manufacturing and research: new technologies and methods (2021, Усть-Каменогорск);
4. Международная научно-практическая конференция Российской и Международной инженерной академий, (2021, Санкт-Петербург);
5. IX Международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала» (2021, Курчатов).

Кроме того, основные результаты докладывались и обсуждались на заседаниях научно-технического совета РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», а также на ежемесячных и ежеквартальных научных семинарах докторантов кафедры технической физики ВКТУ им. Д. Серикбаева и ВКУ им. С. Аманжолова.

#### **Публикации:**

Основные результаты диссертации опубликованы в 7 публикациях, в том числе в 3-х зарубежных научных изданиях, входящих в базу данных Scopus и Web of Science, в 3-х изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК, 6-и материалах Международных конференций и в 1-ом патенте на полезную модель Республики Казахстан.

#### **Структура и объем диссертации:**

Работа изложена на 122 страницах, состоит из введения, пяти разделов, заключения и списка использованных источников. Содержит 48 рисунков, 19 таблиц и список использованных источников из 131 наименований.