

Заключение диссертационного совета ГУ 212.224.03,
созданного федеральным государственным бюджетным образовательным
учреждением высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»
Минобрнауки России по диссертации на соискание
ученой степени кандидата наук
аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 07.11.2019 № 9

О присуждении **Савченкову Сергею Анатольевичу**, гражданину
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Синтез магниевых лигатур при металлотермическом
восстановлении соединений редкоземельных металлов» по специальности
05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов принята к защите
29.08.2019 года, протокол №1 диссертационным советом ГУ 212.224.03
федерального государственного бюджетного учреждения высшего образования
«Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России, 199106,
Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, дом 2; приказ ректора Горного университета от
25.06.2019 №836 адм.

Соискатель, Савченков Сергей Анатольевич, 1992 года рождения, в 2015
окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования «Национальный минерально-сырьевой
университет «Горный»; аспирант очной формы обучения кафедры металлургии
федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»
Минобрнауки России.

Диссертация выполнена на кафедре металлургии в федеральном
государственном бюджетном образовательном учреждении высшего
образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России.

Научный руководитель – доктор технических наук, доцент **Бажин
Владимир Юрьевич**, федеральное государственное бюджетное образовательное

учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России, проректор по научно-инновационной деятельности, заведующий кафедрой автоматизации технологических процессов и производств.

Официальные оппоненты:

Никитин Константин Владимирович, доктор технических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Самарский государственный технический университет», факультет машиностроения, металлургии и транспорта, декан;

Белоусов Михаил Викторович, кандидат технических наук, муниципальное автономное учреждение «Уральский инновационный молодежный центр», директор;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - **Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук**, г. Екатеринбург, в своем положительном отзыве, подписанным **Яценко Сергеем Павловичем**, доктором химических наук, главным научным сотрудником лаборатории химии гетерогенных процессов, профессором, заслуженным деятелем науки и техники РФ; **Поляковым Евгением Валентиновичем**, доктором химических наук, заведующим лабораторией физико-химических методов анализа; **Богдановой Екатериной Анатольевной**, кандидатом химических наук, старшим научным сотрудником; утвержденным **Кузнецовым Михаилом Викторовичем**, доктором химических наук, директором; указала, что диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой разработаны эффективные технические решения по синтезу двойных и тройных лигатур на основе магния.

Соискатель имеет 11 опубликованных работ по теме диссертационного исследования, в том числе, в журналах, индексируемых в международной базе данных Scopus – 1, в журналах, входящих в перечень ВАК – 4, 2 патента РФ на

изобретение. Общий объем 3,8 печатных листа, в том числе 2,5 печатных листов соискателя. Научные работы по теме диссертации:

1. **Савченков С.А.** Исследование процесса получения лигатуры магний-гадолиний методом металлотермического восстановления // Цветные металлы. – 2019. – №5. – С. 33-39. (Scopus)

2. **Савченков С.А.** Синтез магниевых лигатур во фторидно-хлоридных расплавах / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин // Вестник Иркутского государственного технического университета. – 2018. – Т.22. – №5. – С. 214-224. (ВАК)

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

3. **Савченков С.А.** Получение лигатур магний-цинк-редкоземельный металл в расплаве солей / С.А. Савченков, В.Л. Уголков // Вестник Иркутского государственного технического университета. – 2019. – Т.23. – №1. – С. 187-196. (ВАК)

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

4. **Савченков С.А.** Термические исследования процесса получения магниевых лигатур с иттрием и цинком / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин, В.Н. Бричкин, В.Л. Уголков // Расплавы. – 2019. – №3. – С. 207-218. (ВАК)

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

5. **Савченков С.А.** Технологические особенности синтеза лигатур магний-неодим / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин, В.Н. Бричкин, Я.И. Косов, В.Л. Уголков // Металлург. – 2019. – №4. – С. 71-77. (ВАК)

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

6. Пат. 2675709 РФ Способ получения лигатуры магний-цинк-иттрий / Сизяков В.М., **Савченков С.А.**, Бажин В.Ю., Бричкин В.Н., Поваров В.Г.;

заявитель и патентообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет». – № 20181106234; заявл. 19.02.2018; опубл. 24.12.2018, коррекция опубл. 23.04.2019, Бюл. № 12. – 7 с.

Личный вклад состоит в проведении патентного обзора по изучаемой проблеме, обосновании способа получения лигатуры магний-цинк-иттрий.

7. Пат. 2682191 РФ Лигатура для жаропрочных магниевых сплавов / **Савченков С.А.**, Бажин В.Ю., Бричкин В.Н.; заявитель и патентообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет». - № 2018119096; заявл. 23.05.2018; опубл. 15.03.2019, Бюл. № 8. – 5 с.

Личный вклад состоит в проведении патентного обзора по изучаемой проблеме, обосновании состава лигатуры для жаропрочных магниевых сплавов.

8. **Савченков С.А.** Синтез лигатур на основе магния // XV Российская конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Сборник трудов конференции. Москва, ИМЕТ РАН 16-19 октября 2018. – Москва, 2018. С. 438-439.

9. **Савченков С.А.** Токсичность флюсов, используемых при производстве лигатур на основе магния, содержащих редкоземельные металлы / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин // IV Международная научно-практическая конференция «Промышленная безопасность предприятий минерально-сырьевого комплекса в XXI веке». Тезисы докладов. Санкт-Петербург, СПГУ 26-26 октября 2018. – Санкт-Петербург, 2018. С. 165-166.

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

10. **Савченков С.А.** Магниевые лигатуры с редкоземельными металлами. Технология получения. Перспективы применения / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин, В.Л. Уголков // IX Конференция молодых ученых по общей и неорганической

химии. Тезисы докладов. Москва, ИОНХ РАН 9-12 апреля 2019. – Москва, 2019. С. 114-115.

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

11. **Савченков С.А.** Исследование процесса получения двойных и тройных лигатур на основе магния / С.А. Савченков, В.Ю. Бажин, В.Л. Уголков // Всероссийская научно-техническая конференция «Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и антикоррозионной защиты легких сплавов» Материалы конференции. Электронное издание. Москва, ФГУП «ВИАМ» 12 апреля 2019. – Москва, 2019. С. 179-192. <https://conf.viam.ru/conf/298/proceedings>.

Личный вклад состоит в проведении экспериментальных исследований, анализе и обобщении результатов.

В диссертации Савченкова С.А. отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных работах соискателя, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

Основные положения и результаты исследований освещались на международных и всероссийских научных и научно-практических конференциях и симпозиумах, в том числе: на 56-ой международной конференции горного дела (Польша, г. Краков, Горно-металлургическая академия им. Станислава Сташица, 2015); на международной научно-практической конференции «Неделя науки - 2016» (Санкт-Петербург, СПбГТИ (ТУ), 2016); на международном форуме металлургов и горняков во Фрайбергской горной академии (Германия, г. Фрайберг, 2016); на VIII всероссийской научно-практической конференции с международным участием "Перспективы развития технологии переработки углеводородных и минеральных ресурсов" (Иркутск, ИрНИТУ, 2018); на международной конференции для молодых ученых «Химическая технология функциональных наноматериалов» (Москва, РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2017); на международной научно-практической конференции «Химия, химическая

технология и экология: Наука, производство, образование» (Махачкала, ДГУ, 2018); на IV Международной научно-практической конференции «Промышленная безопасность предприятий минерально-сырьевого комплекса в XXI веке» (Санкт-Петербург, СПГУ, 2018); на Российской конференции молодых научных сотрудников «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Москва, ИМЕТ РАН, 2018); на IX конференции молодых ученых по общей и неорганической химии (Москва, ИОНХ РАН, 2019); на Всероссийской научно-технической конференции «Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и антикоррозионной защиты легких сплавов» (Москва, ФГУП «ВИАМ», 2019), а также обсуждались на заседаниях объединенного научно-технического совета Санкт-Петербургского горного университета, на заседаниях металлургии и получили одобрение.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы от генерального директора ООО «Эксперт-Ал», к.т.н. **С.А. Никифорова**; заведующей кафедрой металлургии ФГБОУ ВО «Иркутский национальный исследовательский технический университет», профессора, д.т.н. **Н.В. Немчиновой**; проректора по научной и инновационной деятельности, заведующего научно-исследовательской лаборатории высокоэнергетических и специальных материалов ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский государственный университет», профессора, д.ф.-м.н. **А.Б. Ворожцова**; президента Ассоциации литейщиков Санкт-Петербурга и Ленинградской области (ЛенАл), заслуженного металлурга России, д.т.н. **С.С. Ткаченко**; старшего научного сотрудника лаборатории химии гетерогенных процессов ФГБУН «Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук», к.х.н. **В.М. Скачкова**; академика РАН, заведующего кафедрой Обработки металлов давлением ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», профессора, д.т.н. **Ф.В. Гречникова** и доцента кафедры Технологии металлов и авиационного материаловедения, ФГАОУ ВО «Самарский национальный

исследовательский университет имени академика С.П. Королева», к.т.н., Dr-Ing. **Е.В. Арышенского**; профессора кафедры «Металлургия цветных металлов» ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», профессора, д.х.н. **В.А. Лебедева**.

В отзывах дана положительная оценка проведенных исследований, отмечена актуальность выбранной темы, высокая степень проработки вопроса и профессиональный подход к решению поставленных задач, однако в некоторых из них имеются замечания:

На стр. 10 автореферата указаны классификации исходных солей и марка магния, однако отсутствует классификация исходной соли фторида иттрия, а также цинка (**к.т.н. С.А. Никифоров**).

На стр.14 на рисунке 7 показана микроструктура лигатур магний-неодим, магний-гадолиний, однако ничего не сказано про процент содержания неодима и гадолиния в представленных образцах (**к.т.н. С.А. Никифоров**).

Вопрос по рис.6 (стр. 12): просьба пояснить – почему с увеличением продолжительности процесса степень извлечения, как неодима, так и гадолиния снижается? (**д.т.н. Н.В. Немчинова**).

Повтор слов и вводимых аббревиатур, лишние запятые (сс. 5, 7, 8, 10, 19) (**д.т.н. Н.В. Немчинова**).

Стр. 12 Автор использовал уравнение Аррениуса для оценки величины энергии активации, но это некорректно поскольку (и это видно из рисунка) в классических координатах Аррениусовских они не линеаризуются. Т.е. надо было выбрать более приемлемый вид кинетического уравнения для такой оценки (**д. ф-м. н. А.Б. Ворожцов**).

Стр. 13-14 Автор изучает влияние скорости перемешивания расплава (об/мин). Но сделанные выводы по оптимизации скорости перемешивания приемлемы только для конкретного случая: конструкция мешалки и тигля. Применить такие данные для реальных систем будет сложно. Чтобы это сделать, надо знать основные критерии подобия (Re , Nu , Pr и др.) системы,

пересчитанные через скорость вращения мешалки в конкретном тигле и расплаве (д. ф-м. н. А.Б. Ворожцов).

Автор в схеме лабораторной установки (рис.5, стр. 12), использует перемешивающее устройство, возможно актуальность его использования только в опытных и лабораторных работах из-за маленького объема самой плавки. В промышленных масштабах использование перемешивающего устройства не актуально из-за перемешивания расплава индукционными токами (д.т.н. С.С. Ткаченко).

Замечание к автореферату: на мой взгляд дано недостаточное объяснение, почему для металлотермического восстановления фторида иттрия из расплава солей увеличение в шихте цинка приводит к такому впечатляющему результату – более чем в два раза увеличилось извлечение, что немаловажно, особенно при масштабировании из лабораторных опытов в полупромышленное и далее промышленное производство (к.х.н. В.М. Скачков).

В качестве недостатка можно отметить, что Савченков С.А. имеет девять статей, опубликованных в Scopus. Это является очень высоким показателем для соискателя, претендующего на степень кандидата технических наук. В то же время почему-то в автореферате указана лишь одна из них, опубликованная в цветных металлах, что снижает впечатление от работы (т.к. уровень публикационной активности, несомненно, оценивается при защите) (д.т.н. Ф.В. Гречников, к.т.н. Е.В. Арышенский).

Почему в качестве соли РЗМ взяты не хлориды, а более дорогие и трудно восстанавливаемые фториды? (д.т.н. В.А. Лебедев).

Следовало указать содержание CaF_2 и NdF_3 , NaF и YF_3 в солевых расплавах. Хватает ли ионов фтора для образования указанных соединений? (д.т.н. В.А. Лебедев).

Не дано объяснение ускоряющегося снижения извлечения РЗМ в лигатуру после 30 минутной выдержки. Как оно сказывается на выходе РЗМ в лигатуру? (д.т.н. В.А. Лебедев).

Активность РЗМ в жидком магнии понижена незначительно. Коэффициенты активности при повышении температуры с 690 до 840 °С повышаются для иттрия с $6,0 \cdot 10^{-3}$ до $2,4 \cdot 10^{-2}$, для неодима – с $6,8 \cdot 10^{-2}$ до 1,0 (Расплавы. 2010. №1 и №3). С жидким цинком РЗМ реагирует более энергично. В указанном выше интервале температур коэффициенты активности иттрия в жидком цинке повышаются с $1,8 \cdot 10^{-7}$ до $2,4 \cdot 10^{-3}$, неодима – с $2,5 \cdot 10^{-8}$ до $1,5 \cdot 10^{-6}$. Это способствует более глубокому прохождению реакции восстановления сплавами Mg-Zn и объясняет уменьшение извлечения РЗМ в лигатуру с повышением температуры (Рис.6) без привлечения кинетического фактора (д.т.н. В.А. Лебедев).

Известно, что в Mg-Al-Zn сплавы РЗМ можно вводить в виде лигатуры Mg-Al-РЗМ. В чем преимущества лигатуры Mg-Zn-РЗМ? (д.т.н. В.А. Лебедев).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в соответствующей отрасли науки и наличием у них публикаций в сфере исследования, а также широкой известностью ведущей организации своими достижениями по соответствующей теме исследования отрасли наук и способностью определить научную и практическую значимость диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны технологические режимы получения двойных магниевых лигатур с редкоземельными металлами, а также тройных магниевых лигатур магниетермическим восстановлением соединений редкоземельных металлов из фторидно-хлоридных расплавов;

установлены зависимости выхода неодима, гадолиния и иттрия от температуры процесса, состава технологической солевой смеси, времени синтеза, а также скорости перемешивания расплава;

выявлены особенности фазообразования, свидетельствующие о том, что при плавлении солевой смеси $KCl-NaCl-CaCl_2-MgCl_2-CaF_2$, с фторидом неодима

и гадолия, образуются комплексные соединения NaNdF_4 , $\text{Na}_5\text{Nd}_9\text{F}_{32}$, $\text{Na}_5\text{Gd}_9\text{F}_{32}$, при плавлении фторида иттрия совместно с солевой смесью KCl-NaCl-CaCl_2 или $\text{NaF-YF}_3\text{-KCl-NaCl}$ образуются комплексные соли ($\text{Na}_{1,5}\text{Y}_{2,5}\text{F}_9$, NaYF_4 , $\text{Na}_5\text{Y}_9\text{F}_{32}$ и KY_7F_{22});

предложены способы получения двойных лигатур на основе магния, при которых обеспечивается выход неодима и гадолия в лигатуру от 95 до 97%, а также способы получения тройных лигатур магний-цинк-РЗМ, характеризующиеся высоким извлечением неодима (до 99,4%), гадолия (до 98,1%) и иттрия (до 97,4%).

доказано, что при добавлении цинка в магниевый расплав создаются условия для снижения температуры, и сокращения времени синтеза тройных лигатур Mg-Zn-Nd , Mg-Zn-Gd , а при восстановлении соединений иттрия (NaYF_4 , $\text{Na}_5\text{Y}_9\text{F}_{32}$) ввод цинка способствует повышению его выхода в лигатуру;

уточнены технологические факторы, влияющие на степень извлечения редкоземельных металлов.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

проведен физико-химический анализ РЗМ-содержащих солевых систем и закономерностей металлотермических процессов получения лигатур;

определена термодинамическая вероятность реакций металлотермического восстановления неодима и гадолия с учетом образования интерметаллических соединений с применением программного пакета HSC Chemistry;

изучен механизм и определена лимитирующая стадия процесса магниетермического восстановления неодима и гадолия из хлоридно-фторидных расплавов;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс методов исследований, включающий: аналитические и экспериментальные работы в лабораторных условиях, проведение металлографических исследований;

изложены аргументы, подтверждающие высокий выход редкоземельных металлов в лигатуру при соблюдении выбранных технологических параметров;

раскрыты закономерности протекания процесса синтеза двойных лигатур на основе магния, а также тройных лигатур с цинком;

изучены физико-химические особенности протекания процесса магниетермического восстановления соединений редкоземельных металлов.

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

разработан способ получения лигатуры магний-неодим (заявка на патент РФ №2019107240 от 13.03.2019) и магний-гадолиний магниетермическим восстановлением РЗМ из фторидно-хлоридного расплава. Разработан способ получения тройных лигатур магний-цинк-РЗМ, обеспечивающий извлечение иттрия до 98% (патенты на изобретения РФ №2675709, №2682191), гадолиния и неодима до 99,6%;

определены перспективы и область практического использования разработанных способов;

создана система практических рекомендаций по внедрению предлагаемых способов в производство магниевых лигатур;

представлены рекомендации к использованию полученных теоретических и экспериментальных данных в учебных дисциплинах при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Металлургия».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ результаты получены с использованием апробированных известных методик измерения на поверенном оборудовании на базе лаборатории кафедры металлургии, а также на базе центра коллективного пользования Санкт-Петербургского горного университета;

теория построена на проверяемых данных и фактах, согласующихся с опубликованными в открытом доступе экспериментальными данными других исследователей и ученых по теме диссертации;

идея базируется на результатах анализа способов получения лигатур с редкоземельными металлами на основе магния и алюминия;

установлена сходимость лабораторных испытаний с результатами теоретических исследований;

использованы современные методы сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя состоит в: в обосновании направления исследований; постановке целей и задач исследования; в проведении патентного поиска и анализа научно-технической литературы; выполнении лабораторных исследований; обработке и анализе результатов исследований, разработке технических решений для получения лигатур магний-неодим, магний-гадолиний, магний-цинк-неодим, магний-цинк-гадолиний, магний-цинк-иттрий, формулировании защищаемых положений и выводов работы.

На заседании 07.11.2019 года диссертационный совет принял решение присудить Савченкову С.А. ученую степень кандидата технических наук за решение важной научно-практической задачи синтеза магниевых лигатур при металлотермическом восстановлении соединений редкоземельных металлов.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 5 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за - 15, против - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Заместитель председателя
диссертационного совета



Дубовиков Олег Александрович

Ученый секретарь
диссертационного совета

Бодуэн Анна Ярославовна

07.11.2019 г.