



МИНОБРНАУКИ РОССИИ

федеральное государственное
автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Самарский государственный
аэрокосмический университет
имени академика С.П. Королева
(национальный исследовательский
университет)» (СГАУ)

Московское шоссе, д. 34,
г. Самара, 443086
Тел. (846) 3351826
Факс (846) 3351836
E-mail: ssau@ssau.ru

29.04.15 № 42-1438
На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор - проректор по науке
и инновациям ФГАОУ ВО «Самарский
государственный аэрокосмический
университет имени академика С.П.
Королева (национальный
исследовательский университет)».



А.Б. Прокофьев
» апреля 2015 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Московских Дмитрия Олеговича
«Получение субмикронного порошка карбида кремния и
наноструктурированной керамики на его основе»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по
специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные
материалы

Актуальность работы

Диссертационная работа посвящена важной проблеме получения
высокодисперсного порошка карбида кремния SiC и высокоплотной керамики на
его основе. Существующий промышленный метод получения SiC не позволяет
получать чистый субмикронный порошок, из-за высокой температуры (> 2000
°C) и продолжительности процесса, что приводит к нежелательному росту зерна

SiC и требует больших затрат электроэнергии. Применение автором процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) является действительно эффективной альтернативой. Этот процесс протекает в самоподдерживающемся режиме, без внешних источников энергии, только за счет внутреннего тепла химической реакции. СВС имеет и другие преимущества: (а) более короткое время синтеза, (б) меньшую стоимость, так как используется внутренняя химическая энергия вместо внешней энергии печи, (в) более простое оборудование (г) чистота продуктов, так как большинство примесей выгорает в высокотемпературной волне, (д) отработанные способы уменьшения размера частиц СВС-порошков вплоть до наноуровня, в том числе и за счет механического активирования (МА). Выбранное для консолидации СВС-порошков искровое плазменное спекание (ИПС) позволяет значительно снизить температуру спекания и продолжительность процесса, что, в свою очередь, способствует значительному уменьшению скорости роста зерна, и дает возможность получить компактный наноструктурированный керамический материал.

В этой связи диссертационную работу Московских Д.О., посвященную получению субмикронного порошка и беспористой нанокерамики SiC на основе изучения закономерностей процессов механического активирования, СВС и искрового плазменного спекания, следует считать актуальной. Важность работы подтверждается её выполнением в соответствии с Федеральными целевыми программами и грантами РФФИ.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, шести глав и общих выводов. Объем диссертации: 166 страниц, 79 рисунков и 19 таблиц. Список использованной литературы содержит 218 источников.

Во введении автор обосновывает актуальность работы, формулирует цель работы и задачи исследования и приводит основные научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе (аналитический обзор литературы) показаны технологические преимущества процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза над традиционными методами порошковой металлургии при получении композиционных материалов на основе тугоплавких соединений с высокой энтальпией образования. Подробно изложены процессы СВС, МА и ИПС, в частности, и для системы Si-C.

Во второй главе приводятся характеристики исходных компонентов, методик и используемого оборудования при исследовании полученных порошков и керамики. У полученных компактных материалов исследовались фазовый состав, микроструктура, плотность, твердость и трещиностойкость.

В третьей и четвертой главах рассмотрены результаты экспериментальных исследований процессов МА, СВС и ИПС. Механическая активация порошков кремния и углерода и последующего синтеза в режиме горения позволяют получать субмикронные порошки (50–300 нм) β -фазы карбида кремния. Действительно, автором впервые осуществлен прямой синтез субмикронного порошка SiC в режиме СВС в инертной атмосфере с использованием наноконпозиционных гранул Si-C, без применения подогрева или химических добавок. Возможность СВС

карбида в бинарной системе Si–C в инертной газовой среде без подогрева связана с модифицированием реакционной среды в ходе МА, приводящей к образованию субмикронных наноструктурных композиционных Si–C частиц с высокой поверхностью контактов между реагентами. Форма и размер композиционных субмикронных частиц Si/C не изменяется во фронте волны горения при превращении их в частицы продукта SiC. Это позволяет путем регулирования условий МА в шаровой планетарной мельнице получать заданную морфологию конечного СВС-порошка карбида кремния. Также получен SiC с помощью других методов активации (Si-C-Тефлон; Si-C-N₂; и SiO₂-Mg-C.), изучена кинетика ИПС полученных порошков. После оптимизации параметров ИПС, получена беспористая нанокерамика при температуре ниже 2000 °С и продолжительности спекания 10 минут. Также реализован СВС+ИПС образцов нанокерамики, свойства которой сопоставимы с керамикой, полученной методом ИПС.

В заключении диссертации сформулированы общие выводы по работе.

Достоверность и научная новизна результатов

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность экспериментальных результатов обеспечивается комплексным использованием современных и аттестованных методов и методик исследования, применением статических методов обработки результатов, сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Изучена возможность инициирования СВС-реакции при температуре ниже

температуры плавления кремния при механическом активировании смеси в планетарной шаровой мельнице в режиме каскадного движения мелющих тел.

2. Показаны этапы структурных изменений в процессе МА. На начальном этапе происходит натирание углерода на кремний, при котором кремний не измельчается и сохраняет исходную форму. На второй стадии происходит измельчение кремния, далее – формируются нанокпозиционные гранулы, на четвертом этапе – получаются полностью аморфные композиционные частицы Si/C, состоящие из наночастиц кремния и углерода.

3. Реализован прямой синтез субмикронного порошка SiC из элементов в режиме горения в инертной атмосфере с использованием только предварительной кратковременной механической обработки исходной реакционной смеси порошков кремния и углерода в планетарной мельнице.

4. Изучена кинетика ИПС карбида кремния, описаны основные стадии спекания. Показано, что скорость консолидации зависит только от скорости нагрева на первой стадии и не оказывает влияние на скорость спекания на стадии изотермической выдержки

Практическая значимость работы обусловлена тем, что методами СВС и ИПС получен субмикронный порошок SiC и беспористая нанокерамика на его основе. Практическая ценность работы подтверждена наличием патента на способ получения нанопорошка SiC и актом испытания.

Результаты диссертационной работы могут быть рекомендованы к использованию в научных организациях и производственно-промышленных предприятиях, занимающихся разработкой многокомпонентных керамических материалов:

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (г. Черноголовка); Отдел структурной макрокинетики Томского научного центра Сибирского отделения РАН (г. Томск); Институт химической кинетики и горения Сибирского отделения РАН (г. Новосибирск); Алтайский государственный технический университет (г. Барнаул); ГНЦ ФГУП «Исследовательский центр имени М. В. Келдыша» - Отдел нанотехнологий (г. Москва); ОАО «Композит» (г. Королёв); ГНЦ ФГУП ВИАМ (г. Москва), ФГУП ММП «Салют» (г. Москва); ООО «Компоненты двигателя» (г. Москва); ОАО НПО "Сатурн" (г. Рыбинск); ОАО ПКО «Теплообменник» (Нижний Новгород); ОАО «Уфимское моторостроительное производственное объединение» (г. Уфа), а также в вузах при подготовке бакалавров и магистров по направлениям 150400 «Металлургия» и 150100 «Материаловедение и технологии материалов».

Замечания по диссертационной работе

1. Не представлен анализ чистоты получаемого порошка SiC, например, на наличие фазы железа, которая должна намолотиться во время процесса механической обработки смеси Si+C. Как примеси повлияют на получаемую керамику, на механические свойства?
2. Не проведено сравнительное исследования по измерению твердости и трещиностойкости керамики, полученной с помощью совмещения СВС+ИПС
3. Для полноты исследования желательно было бы провести механические испытания по определению трещиностойкости (вязкости разрушения), например, испытания образцов с предварительно нанесенной трещиной на растяжение или трехточечный изгиб.

4. Не показаны численные значения свойств коммерческих аналогов, которые можно приобрести на рынке.

Текст диссертации содержит ряд стилистических неточностей и опечаток:

- стр. 94, 111 и 142: вместо фразы «ускорение шаров мелющих тел» необходимо использовать «ускорение шаров» или «ускорение мелющих тел»;

Заключение

Отмеченные недостатки не снижают теоретической и практической значимости выполненных Д.О. Московских исследований, а полученные в диссертации результаты соответствуют поставленным целям.

Автореферат отражает содержание диссертации. Научные и практические результаты диссертации представлены в 15 опубликованных работах, в том числе в 4 статьи в журналах из перечня Высшей аттестационной комиссии и входящие в базу данных Web of Science.

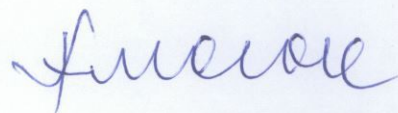
В целом диссертационная работа Д.О. Московских представляет собой законченное научное исследование, выполненное на высоком профессиональном уровне и содержащее решение актуальной задачи получения субмикронного порошка карбида кремния и наноструктурированной керамики на его основе, имеющей важное значение для порошковой металлургии и композиционных материалов.

Диссертационная работа отвечает всем требованиям к кандидатским диссертациям Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Д.О.

Московских, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Отзыв принят на заседании кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения Самарского государственного аэрокосмического университета имени академика С.П. Королева (национального исследовательского университета) по результатам обсуждения диссертации Д.О. Московских 28 апреля 2015 года, протокол № 9.

Зав. кафедрой технологии металлов и
авиационного материаловедения СГАУ,
д.ф.-м.н., профессор

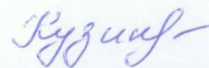


Амосов Александр Петрович

Телефон: (846) 267-46-40. E-mail: egundor@yandex.ru.

443086, Самара, Московское шоссе, 34.

Секретарь кафедры технологии металлов и
авиационного материаловедения СГАУ,
ассистент



Кузина Антонина Александровна

Телефон: (846) 267-46-41. E-mail: kuzinaantonina@mail.ru.

443086, Самара, Московское шоссе, 34.

Подпись	<i>Амосов А.П., Кузина А.А.</i>
Начальник отдела обеспечения деятельности советов СГАУ	
«28» 04	2015
Нартова Н.Н.	

