

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Московских Дмитрия Олеговича «Получение субмикронного порошка карбида кремния и наноструктурированной керамики на его основе», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертации

Диссертационная работа Московских Д.О. посвящена актуальной проблеме получения наноструктурного порошка карбида кремния и плотной керамики на его основе. Уникальные физико-химические свойства карбида кремния – высокие твердость, прочность, термостойкость, радиационная стойкость а также химическая стойкость в окислительных средах, низкая плотность используются в различных областях современной техники. В настоящее время SiC применяется как абразивный и режущий материал, в качестве конструкционной керамики, катализатора, защитных покрытий микротрещин в высокотемпературных газоохлаждаемых ядерных реакторах, в микроэлектронике, как имитатор алмаза в ювелирном производстве и ряде других областей. Для создания изделий из карбида кремния с высокими физико-механическими свойствами при повышенных температурах необходимо решить актуальную проблему разработки методов получения беспористых нанокристаллических материалов на основе высокочистых субмикронных порошков SiC. Такие керамические наноструктурные материалы при нагревании могут обладать высокой пластичностью и сверхпластичностью, что позволит получать изделия из керамики методами уже разработанными в металлургии – выдавливанием, протяжкой и другими. Современные промышленные методы не позволяют получить наноструктурную керамику SiC из-за высокой температуры и длительности процесса. Совместное использование автором методов механической активации (МА), самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

(СВС) и искрового плазменного спекания (СПС) позволило решить сложную проблему получения компактного наноструктурированного карбида кремния за счет существенного снижения температуры спекания и длительности процесса.

Важность и актуальность диссертационной работы Московских Д.О. подтверждается выполнением ее в соответствии с Федеральной целевой программой «Наноструктурные керамические материалы» и грантами РФФИ.

Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций

Полученные в диссертационной работе результаты, несомненно, представляют научную новизну, которая заключается в следующем:

1. Установлена возможность инициирования СВС-реакции при температуре ниже температуры плавления кремния в случае предварительного механического активирования реакционной смеси Si+C. При механическом активировании смеси в планетарной шаровой мельнице Активатор-2S в режиме каскадного движения мелющих тел в течение 15 минут температура инициирования составляет 1100 °С.

2. Выявлена динамика структурных превращений в смеси Si+C в процессе МА, приводящих к формированию нанокomпозиционных реакционных Si/C частиц. Первая стадия, заключается в натирании углерода на исходные частицы кремния, при котором кремний не измельчается и сохраняет исходную форму. На второй стадии происходит измельчение кремния, на третьей – формируются нанокomпозиционные частицы, а на заключительной – рентгеноаморфные композиционные гранулы, состоящие из наночастиц кремния и углерода.

3. Впервые осуществлен прямой синтез субмикронного порошка SiC в режиме СВС в инертной атмосфере с использованием нанокomпозиционных реакционных смесей Si-C, без подогрева или химических добавок.

4. Показано, что для всех порошков кинетические кривые искрового плазменного спекания характеризуются наличием двух стадий: быстрая консолидация во время предварительного нагрева до температуры спекания и относительно медленное уплотнение при температуре спекания. Скорость консолидации зависит только от скорости нагрева на первой стадии и не оказывает влияние на скорость спекания на стадии изотермической выдержки.

Научная новизна и практическая ценность работы подтверждается наличием патента на способ получения порошка карбида кремния

Научная новизна исследований и полученных результатов с достаточной полнотой отражена в выводах диссертации и практических рекомендациях.

Значимость для науки и производства полученных результатов

Полученные результаты представляют прочную основу для дальнейших исследований в области получения методом сочетающим механическую активацию, самораспространяющийся высокотемпературный синтез и искровое плазменное спекание сложных многокомпонентных порошковых систем с элементами, имеющими существенно различные температуры плавления, что собственно и является признаком фундаментальной работы. Практическая значимость диссертации так же очевидна, поскольку содержит решение важной для практики задачи повышения ресурса работы керамических вставок абразивоструйных сопел за счет использования синтезированного субмикронного СВС-порошка карбида кремния.

Степень обоснованности и достоверности каждого научного положения

Каждое научное положение, составляющее научную новизну, достоверно установлено в экспериментах, которые выполнены на самом современном оборудовании. Эти научные положения вытекают из научных гипотез, на основании полученных экспериментальных данных, кроме того

полученные результаты согласуются с известными в литературе результатами, предшествующими данному научному исследованию. Следует особо отметить, что исследования в области СВС и ИПС достаточно сложны и трудоемки вследствие сложности контроля этих процессов, протекающих достаточно быстро и в закрытой системе. Достоверность экспериментальных данных обоснована применением статистических методов обработки результатов экспериментов, а также использованием современного сертифицированного оборудования.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

Выполнены все требования предъявляемые к кандидатским диссертациям. Подробно проведен литературный обзор значимых публикаций, относящихся к заданной теме диссертации. Проведен анализ этих публикаций, правильно установлены задачи исследования, выбраны исследуемые составы и методы их исследования. Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий структур, так и текста их описывающего. Работа написана грамотным языком. Диссертация и автореферат содержат требуемые разделы и соответствуют друг другу.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации

Особо следует отметить высокий научный уровень работы и то, что работа спланирована так, что за относительно короткий срок диссертант смог полностью выполнить достаточно трудоемкое исследование и опубликовать его. Все успешные научные положения отмечены выше. Значение выполненной диссертации подтверждается выполнением ряд научных проектов в рамках ФЦП «Наноструктурные керамические материалы» и грантов РФФИ.

Замечания к выполненному исследованию носят уточняющий характер.

1. В работе нет сравнительного анализа химического состава исходных материалов и получаемого порошка карбида кремния, нет данных

о возможном влиянии примесей на механические свойства полученной компактной керамики.

2. Для эффективного проведения процесса оптимизации искрового плазменного спекания желательно также установить зависимость электропроводности синтезированного нанопорошка SiC от приложенного давления и температуры.

3. Не приведено сравнение между численными значениями трещиностойкости и вязкости разрушения для промышленно изготавливаемой керамики и полученной в диссертационной работе.

В тексте диссертации содержится также ряд неточностей и опечаток:

- стр.44 – на рис. 17 нет маркера масштаба, стр. 45 – рис.45 маркер не читается;
- стр. 69 – на рис. 29 не указано соответствие скоростей нагрева к микроструктурам;
- стр.82 – в табл.9 вместо «давление прессования» - надо «усилие прессования»;
- стр.156 – некорректно приведена ссылка [146].

Заключение

В целом, несмотря на отмеченные замечания, цели и задачи, намеченные в начале работы, автором успешно выполнены. Для их достижения был проведён большой объём экспериментальных исследований, выполненных на современном уровне. В обсуждении результатов обобщены полученные данные, сформулированы общие выводы, соответствующие содержанию работы. Практические рекомендации вытекают из содержания работы. Диссертация является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение важной для практики задачи повысить ресурс работы керамических вставок абразивоструйных сопел за счет использования синтезированного субмикронного СВС-порошка карбида кремния. Отмеченные недостатки не снижают в целом хороший научный уровень

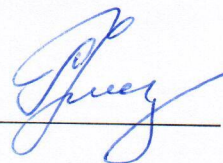
диссертационной работы, а ее результаты и полученные лично автором выводы дают основания для ее положительной оценки.

По материалам работы у Д.О. Московских имеется 15 публикаций, в том числе 4 статьи в рецензируемых журналах, входящие в перечень ВАК и индексируемые в базе данных «Сеть науки» (Web of Science), патент РФ на способ получения нанопорошка, которые полностью отражают содержание работы.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Диссертационная работа отвечает требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, и соответствует специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы, а ее автор Дмитрий Олегович Московских заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук.

к.т.н., с.н.с., ведущий научный сотрудник Межкафедральной лаборатории электромагнитных методов производства новых материалов Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ»

 Е. Г. Григорьев

Григорьев Е. Г.

115409, г. Москва, Каширское шоссе, д.31

Тел.: +7 (495) 788-56-99, eggrigoryev@mephi.ru



