

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Зиновьевой Маргариты Владимировны на тему: «Разработка гетерофазных сплавов для защиты композиционных материалов от воздействия высокоэнтальпийных потоков окислительного газа», представленной на соискание ученой степени по специальности 05.16.06 — «Порошковая металлургия и композиционные материалы» и состоявшейся в НИТУ «МИСиС» 19 октября 2021 года.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» 28 июня 2021 года протокол № 29.

Диссертация выполнена на кафедре порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ «МИСиС» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – Левашов Евгений Александрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор Научно-учебного центра СВС, НИТУ «МИСиС»

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» (протокол №29 от 28.06.2021) в составе:

1 Громов Александр Александрович, доктор технических наук, профессор, руководитель лаборатории «Катализ и переработка углеводородов» НИТУ «МИСиС»-председатель комиссии;

2 Еремеева Жанна Владимировна, доктор технических наук, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ «МИСиС»;

3 Штанский Дмитрий Владимирович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник Научно-учебного центра СВС, заведующий научно-исследовательской лабораторией «Неорганические наноматериалы», профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ «МИСиС»;

4 Ножкина Алла Викторовна, доктор технических наук, профессор, научный руководитель лаборатории «Исследование алмазов, синтеза сверхтвердых материалов и оценка соответствия изделий из них» АО «Научно-исследовательский институт природных, синтетических алмазов и инструмента» (АО «ВНИИАЛМАЗ»);

5 Шляпин Сергей Дмитриевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов», «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)».

В качестве ведущей организации утверждено Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) г. Москва.

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработана новая научная идея** о возможности получения высокоплотных конструкционных керамических материалов, противостоящих высокоэнтальпийным потокам окислительного газа, путем предварительного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза гетерофазных порошков на основе систем ZrB_2 - $ZrSi_2$ - $MoSi_2$ и HfB_2 - $HfSi_2$ - $MoSi_2$ и последующего горячего прессования или инфильтрации расплава в углеродный каркас, позволившая установить качественно новые закономерности структуро- и фазообразования в данных системах;
- на основании анализа результатов динамической дифрактографии быстропротекающих процессов в волне горения **выявлено** различие стадийности протекания химических превращений и механизмов структурообразования продуктов синтеза в системах $Hf-Si-Mo-B$ и $Zr-Si-Mo-B$.
- **доказана перспективность использования новой идеи** - получения высокоплотных керамических материалов для создания теплонагруженных конструкций, работающих в высокотемпературных потоках окислительного газа при температурах выше 2000 °С.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- **доказаны положения**, об определяющем влиянии на кинетику горения смесей $Zr-Si-Mo-B$ и $Hf-Si-Mo-B$ химических превращений, протекающих в расплаве на основе кремния, с образованием гетерофазных частиц с однородной структурой.
- применительно к проблематике диссертации результативно с получением обладающих новизной результатов **использован комплекс** современных базовых методов, включающих сканирующую электронную микроскопию, рентгеноструктурный фазовый анализ, определение плотности и пористости, твердости, теплопроводности, стойкости к окислению и уникальных методик закалки фронта горения в медном клине, динамической дифрактографии, а также метода крутильных колебаний для определения температур начала и окончания плавления боридно-силицидных продуктов синтеза.
- **изложены факты**, подтверждающие особенности структурно-фазовых превращений в волне горения для смесей $Zr-Si-Mo-B$ и $Hf-Si-Mo-B$, заключающиеся в том,

что в системе Zr-Si-Mo-B первичные кристаллы ZrB_2 формируются из расплава, в системе Hf-Si-Mo-B фаза HfB_2 зарождается в зоне прогрева по газотранспортному механизму с участием летучих оксидов бора, а вторичные фазы ZrB_2 , HfB_2 , $ZrSi_2$, $HfSi_2$ и $MoSi_2$ образуются в зоне горения. Полученные магниитермическим и элементным синтезом композиционные порошки ZrB_2 - $ZrSi_2$ - $MoSi_2$ и HfB_2 - $HfSi_2$ - $MoSi_2$ являются гетерофазными, причем каждая частица состоит из субмикронных боридных и силицидных зерен.

- **установлен факт** повышения стойкости керамических материалов в потоке окислительного газа, обусловленный формированием на их поверхности защитной пленки из многослойных структур, состоящих из слоя сложнолегированного боросиликатного стекла $SiO_2 \cdot B_2O_3$ и подслоев на основе оксидов ZrO_2 , $ZrSiO_4$ или HfO_2 , $HfSiO_4$, толщина которой увеличивается в зависимости от содержания ZrB_2 и HfB_2 в матрице.

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

- зарегистрированы ноу-хау № 06-164-2018 ОИС от 07.09.2018 г. «Состав и способ получения гетерофазного порошкового полуфабриката на основе боридов и силицидов гафния и молибдена для осаждения высокотемпературных защитных покрытий» и ноу-хау № 09-164-2019 ОИС от 09.10.2019 «Состав и способ получения керамики на боридной, карбидной и силицидной основе, стойкой к динамическому воздействию высокотемпературного газового потока»;

- разработаны технологическая инструкция ТИ 49-11301236-2021 на процесс изготовления гетерофазных порошков на основе боридов и силицидов гафния, циркония и молибдена методом СВС и технические условия ТУ 24.45.30-001-02066500-2020 «Масса порошковая гетерофазная для формирования матрицы структурно-интегрированного композиционного материала»;

- в АО «Композит» (г. Королев) проведены стендовые испытания разработанных керамических материалов ZrB_2 - $ZrSi_2$ - $MoSi_2$ и HfB_2 - $HfSi_2$ - $MoSi_2$. Установлено, что материалы устойчивы в высокоэнтальпийных потоках окислительного газа мощностью до $4,2 \text{ МВт/м}^2$, температуре до 2500°C и рекомендованы к применению в теплонагруженных конструкциях.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных исследований использовано современное сертифицированное оборудование с применением аттестованных методик, которые согласуются с литературными данными, описывающими разработку аналогичных керамических материалов;

- **теория** построена на проверяемых фактах и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертационной работы;

- **идея работы** базируется на обобщении мирового опыта в области порошковой металлургии высокотемпературных керамических материалов;

Диссертация является полностью завершенной научной работой. **Личный вклад соискателя** заключается в получении и обработке экспериментальных данных, выполнении расчетов, обсуждении и обобщении результатов, формулировании выводов совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Соискатель представил 14 работ, в том числе 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК и входящих в базу данных Scopus, 10 тезисов докладов. Кроме того имеется 2 секрета производства, зарегистрированных в депозитарии ноу-хау НИТУ «МИСиС».

Пункт 2.6 Положения о присуждении ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук НИТУ «МИСиС» соискателем ученой степени не нарушен.

Диссертация Зиновьевой Маргариты Владимировны соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС», так как в ней на основании выполненных автором исследований разработаны новые научно-обоснованные технические и технологические решения задачи получения керамических материалов, стойких к воздействию высокоэнтальпийных потоков окислительного газа, путем самораспространяющегося высокотемпературного синтеза гетерофазных порошков на основе систем ZrB_2 - $ZrSi_2$ - $MoSi_2$ и HfB_2 - $HfSi_2$ - $MoSi_2$ и последующего горячего прессования или инфильтрации расплава в углеродный каркас, имеющие существенное значение для увеличения служебных характеристик теплонагруженных конструкций.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Зиновьевой Маргарите Владимировне ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 4 человек, участвовавших в заседании, из 5 человек, входящих в состав комиссии, проголосовала: за 4, против 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель Экспертной комиссии



А.А. Громов

19.10.2021