

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д002.060.04 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии
наук ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 15.05.2014 №2-2014

О присуждении Лысенкову Антону Сергеевичу ученой степени
кандидата технических наук.

Диссертация «Конструкционная керамика на основе нитрида кремния с
добавкой алюминатов кальция» по специальности 05.17.11 – технология
силикатных и тугоплавких неметаллических материалов принята к защите 12
декабря 2013 г., протокол №9-2013 диссертационным советом Д002.060.04 на
базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской
академии наук, 119991, Москва, Ленинский проспект, д. 49, созданного
приказом №2260-2872 от 28.12.2009.

В 2006 году соискатель окончил Российский химико-технологический
университет им. Д.И. Менделеева, факультет химической технологии
керамики и огнеупоров, с присвоением квалификации инженер по
специальности «Химическая технология тугоплавких неметаллических и
силикатных материалов».

Диссертация выполнена в лаборатории физико-химического анализа
керамических материалов (№33) Федерального государственного
бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Научный руководитель – доктор химических наук, заведующий
лабораторией физико-химического анализа керамических материалов № 33

Каргин Юрий Федорович, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

- 1) Левашов Евгений Александрович, гражданство РФ, доктор технических наук, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий МИСиС, директор Научно-учебного центра СВС,
- 2) Перевислов Сергей Николаевич, гражданство РФ, кандидат технических наук, Открытое Акционерное Общество Центральный научно-исследовательский институт материалов, начальник отдела конструкционной керамики

дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова», дала положительное заключение о диссертации, составленное доцентом кафедры технологии стекла и керамики к.т.н. Дорогановым Владимиром Анатольевичем и заведующим кафедрой технологии стекла и керамики д.т.н. профессором Евтушенко Евгением Ивановичем, утвержденное ректором, доктором экономических наук, профессором Глаголевым Сергеем Николаевичем, указала, что работа Лысенкова А.С., несмотря на указанные замечания, касающиеся недостаточному рассмотрению в обзоре литературы добавок помимо Y_2O_3 и сравнение используемой автором спекающей добавки алюминатов кальция, с добавками, приводимыми в обзоре литературы, отсутствие пояснений почему автор не продолжил дальнейшее измельчение порошка нитрида кремния и остановился на среднем размере зерна 2 мкм; недостаточном

отражении влияние содержания спекающей добавки на микроструктуру получаемой керамики; отсутствием результатов обжига керамики классическим методом, без применения давления; отсутствием данных о влиянии обжига при других температурах спекания - по объёму выполненных исследований, новизне и достоверности полученных результатов и выводов соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. N 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор Лысенков А.С. заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Соискателем Лысенковым А.С. опубликовано 23 работы, в том числе по теме диссертации 8 статей в рецензируемых журналах, которые включены в перечень журналов, утвержденный ВАК, и получен патент РФ.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Лысенков А. С., Захаров А. И., Закоржевский В. В. Керамика на основе порошков нитрида кремния, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Стекло и Керамика, № 3, с. 17-19, Март, 2007.
2. Каргин Ю.Ф., Лысенков А.С., Ивичева С.Н., Захаров А.И., Попова Н.А., Солнцев К.А. Микроструктура и свойства керамики из нитрида кремния с добавками алюминатов кальция // Неорганические материалы. 2010. Т.46. № 7. С.892-896.
3. С. Н. Ивичева, Ю. Ф. Каргин, А. С. Лысенков, О. В. Баранова. Микроструктура и свойства керамики Si_3N_4 с добавками алюминатов кальция и нитевидных кристаллов SiC. // Неорганические материалы. 2010. Т.46. № 9. С.1052-1058.
4. Каргин Ю. Ф., Лысенков А. С., Ивичева С. Н., Закоржевский В. В., Боровинская И. П., Куцев С. В., Солнцев К. А. Керамика Si_3N_4 с модифицирующими добавками фаз системы $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-AlN}$, полученная

горячим прессованием // Неорганические материалы, том 48, № 11, 2012, с. 1291-1296.

5. Ю. Ф. Каргин, Н. С. Ахмадуллина, А. С. Лысенков, А. А. Ашмарин, А. В. Ищенко, Л. В. Викторов, О. С. Тесленко, Б. В. Шульгин, А. В. Спирина, В. И. Соломонов, К. А. Солнцев. Синтез и катодолюминесцентные характеристики Са-сиалонов, легированных европием // Неорганические материалы, том 48, номер 8, 2012, с. 942-947.

6. Лысенков А.С. Влияние дисперсности и количества AlN на свойства керамики Si₃N₄ с 10 мас.% добавки в системе CaO-Al₂O₃ // IX Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов", (2012) с. 325-327.

В диссертационный совет поступило **10 отзывов** на диссертацию и автореферат. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв зам. ген. дир. ФГУП ГосНИИ ГА, старшего научного сотрудника, кандидата технических наук Хаймзона Михаила Ефимовича содержит следующие замечания:

В качестве замечания, а точнее пожелания, следует отметить отсутствие в автореферате сведений об экономических преимуществах предлагаемого нового материала в конкретных конструкциях и в авиадвигателестроении в частности.

2. Отзыв старшего научного сотрудника лаборатории безопасности и прочности композитных конструкций Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, кандидата технических наук Татуся Николая Алексеевича содержит следующее замечание:

Автор не указал при поддержке каких организаций выполнена работа. Имеется опечатка в тексте, вместо рис. 4б, автор указывает рис. 5б.

3. Отзыв профессора кафедры химической технологии керамики и огнеупоров ФГБОУ ВПО РХТУ им. Д.И. Менделеева, доктора технических наук Лукина Евгения Степановича содержит следующее замечание:

Отсутствуют данные по K_{1с} и областям возможного применения разработанных материалов на основе нитрида кремния.

4. Отзыв зав. Каф. Физической и неорганической химии Института цветных металлов и материаловедения ФГАО ВПО «Сибирский федеральный университет», доктора химических наук, профессора Денисова Виктора Михайловича содержит следующее замечание:

В автореферате не приведены результаты обжига керамики классическим методом, без давления. Эти данные могут быть интересны для сравнения с результатами ГП и понимания характера поведения спекающей добавки в целом.

5. Отзыв профессора кафедры химической технологии тугоплавких неорганических и силикатных материалов ФГБОУ ВПО Санкт-Петербургского государственного технологического института (технический университет), доктора технических наук Орданьяна Сукяса Семёновича - замечаний нет.

6. Отзыв младшего научного сотрудника кафедры физической химии ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» кандидата химических наук Комлева Андрея Александровича содержит следующее замечание:

Не ясно, с чем связано наличие трех ступеней усадки при проведении дилатометрического исследования (рис. 7 стр. 10) и дает ли преимущество в прочности, механической прочности и микротвердости керамического материала метод спекания разработанный автором по сравнению с уже применяемыми, описанными в разделе «актуальность работы».

7. Отзыв главного научного сотрудника ФГБУН Института химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии

наук, доктора химических наук, профессора Юхина Юрия Михайловича содержит следующее замечание:

Автором разработана технология получения керамики на основе нитрида кремния, защищенная патентом РФ. На наш взгляд в автореферате следовало бы более подробно описать данный способ, указав характеристики используемых исходных реагентов, стадии процесса и условия их проведения. На рис. 8 автореферата указано, что порошки нитрида алюминия проходили те же стадии измельчения, что и порошок нитрида кремния, однако стадии измельчения порошка нитрида кремния в автореферате не приведены.

8. Отзыв профессора кафедры «Химических технологий» Владимирского государственного университета, кандидата технических наук Сыроева Эдуарда Павловича содержит следующее замечание:

1) Список использованной литературы зарубежных авторов явно недостаточен, да и использованная литература имеет более чем 20-летний срок давности.

2) На рис.1б трудно что-либо разобрать, вероятно, из-за значительного агломерирования представленных волокнистых частиц.

3) В тексте на с.9 указана ссылка на рис.5б (надо поставить 4б).

4) Из большого количества испытаний, проведенных при различных условиях, и полученных очень интересных результатов, вероятно, следует сделать вывод, какой конкретно материал автор предлагает для внедрения в ту или иную область техники.

9. Отзыв заведующего научно-исследовательской лабораторией электронной микроскопии и электронографии Воронежского государственного технического университета, доктора физико-математических наук Куцева Сергея Борисовича - замечаний нет.

10. Отзыв профессора кафедры «Композиционные материалы и физикохимия металлургических процессов» ФГАОУ ВПО «Сибирский федеральный

университет», доктора технических наук Власова Олега Анатольевича - замечаний нет.

Обоснование выбора ведущей организации и официальных оппонентов:

Ведущая организация ФГБОУ ВПО «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова» решает широкий круг научных и прикладных задач, связанных с разработкой и исследованием высокотемпературных керамических материалов. Официальный оппонент Левашов Евгений Александрович является признанным специалистом в области самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, а также в области композиционных материалов и функциональных покрытий. Официальный оппонент Перевислов Сергей Николаевич является известным специалистом в области бескислородных керамических материалов.

В дискуссии приняли участие: академик Солнцев Константин Александрович (директор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук) доктор химических наук Беляков Алексей Васильевич (заведующий кафедры химической технологии керамики и огнеупоров, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»); член-корреспондент РАН, доктор технических наук Баринин Сергей Миронович (заведующий лабораторией керамических композиционных материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук); доктор физико-математических наук Белоусов Валерий Васильевич (заведующий лабораторией функциональной керамики, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), член-корреспондент РАН, доктор технических наук Алымов

Михаил Иванович (заведующий лабораторией физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), кандидат химических наук Шворнева Людмила Ивановна (ведущий научный сотрудник лаборатории новых технологий керамики, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), кандидат технических наук Подзорова Людмила Ивановна (помощник заведующего лабораторией физико-химических основ технологии конструкционной керамики, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук),

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Предложена новая спекающая добавка алюминатов кальция для получения керамических материалов на основе нитрида кремния, позволившая снизить температуру обжига до 1650°C методом горячего прессования.

Разработан новый способ обжига керамических материалов в СВС-реакторе.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

Изучено взаимодействие между α - Si_3N_4 и спекающей добавкой эвтектического состава в системе $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ (E_2 , $T_{\text{пл.}}=1600^\circ\text{C}$) в интервале температур 1500-1750°C. Показано, что процесс спекания при температурах выше 1600°C происходит по жидкофазному механизму и сопровождается взаимодействием α - Si_3N_4 с добавкой с образованием β -Ca-сиалона. Увеличение содержания спекающей добавки E_2 от 5 мас.% до 15 мас.% способствует интенсификации $\alpha \rightarrow \beta$ превращения нитрида кремния и образованию β -Ca-сиалона. Установлено, что добавление порошка нитрида алюминия в исходную шихту Si_3N_4 со спекающей добавкой состава E_2

приводит к образованию межзёренных фаз на основе альфа- и бета-Са-сиалона. Увеличение содержания AlN в исходной шихте способствует более полному превращению оксинитридной добавки в α -Са-SiAlON, а также влияет на соотношение α -Si₃N₄ и α -Са-SiAlON в керамике, при этом $\alpha \rightarrow \beta$ переход Si₃N₄ не наблюдается.

Применительно к проблематике диссертации использован комплекс базовых методов исследования: гранулометрический анализ (анализатор размера частиц Netzsch Analysette 22 NanoTec), петрографические исследования, дифференциальный термический анализ (ДТА) (термоанализатор Netzsch STA 409 Luxx - совмещённый с квадрупольным масс-спектрометром), исследование процесса линейной усадки при спекании (дилатометр DIL 402 C, Netzsch), рентгенофазовый анализ (РФА) (дифрактометр Shimadzu 6000), электронно-микроскопические исследования (СЭМ) (Supra 50 VP), определение плотности образцов, определение механической прочности образцов (Instron 5581), измерение микротвёрдости (Micro-hardness Tester 401/402 MVD), измельчение и смешение порошков, методы обжига керамики (пресс горячего прессования Thermal Technology Inc. модель HP20-3560-20 и обжиг в СВС-реакторе СВС-30).

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

Разработан лабораторный регламент на «Способ получения спеченных изделий на основе нитрида кремния в СВС-реакторе». Определены условия получения керамики на основе нитрида кремния с 15 мас.% спекающей добавки состава E₂ и 30 мас.% Si методом обжига в СВС-реакторе низкого давления СВС-30 со следующими свойствами: прочность при изгибе при комнатной температуре до 540 МПа и плотность 3,09 г/см³. Установлено, что добавление Si в исходную шихту, способствует уменьшению закрытой пористости и увеличению размеров зерна за счет образования вторичного нитрида кремния, что приводит к увеличению плотности и прочности при изгибе полученных керамических образцов.

Определены условия получения методом горячего прессования керамики на основе нитрида кремния с 10 мас.% спекающей добавки алюминатов кальция эвтектического состава E_2 со следующими свойствами: прочность при изгибе при комнатной температуре до 850 МПа, микротвердость по Виккерсу 19,5 ГПа, плотность 3,14 г/см³ и стойкость к окислению до 1300°C. Определены условия получения керамики на основе нитрида кремния с 7 мас.% добавки состава E_2 со следующими свойствами: прочность при изгибе при комнатной температуре до 820 МПа, прочность при изгибе при 1400°C до 400 МПа, микротвердость по Виккерсу 17,2 ГПа, плотность 3,15 г/см³ и стойкость к окислению до 1400°C.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

- экспериментальные результаты получены на современном высокоточном оборудовании, показана их воспроизводимость;
- работа базируется на последних достижениях в области неорганического синтеза и материаловедения;

Личный вклад соискателя состоит в:

- выполнении всего объема работ по синтезу спекающей добавки, проведении обжигов и исследованию свойств керамических материалов на основе нитрида кремния;
- обработке и интерпретации экспериментальных данных, формулировке выводов на основе их анализа;
- непосредственном участии автора в апробации результатов работы на международных и российских конференциях;
- подготовке основных публикаций по выполненной работе.

Диссертация охватывает основные вопросы поставленной научной задачи и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается наличием последовательного плана исследований.

Диссертационным советом сделан вывод, что диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой содержится решение задачи получения керамики на основе нитрида

кремния с добавкой алюминатов кальция, имеющей существенное значение для технологии конструкционной керамики, и она соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а её автор, Лысенков Антон Сергеевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 8 докторов наук по специальности 05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени 15, против присуждения учёной степени 0, недействительных бюллетеней нет.

Председатель

диссертационного совета Д 002.060.04,
академик РАН, д.х.н.



Ученый секретарь

диссертационного совета Д 002.060.04,

К.Г.-М.Н.

Солнцев К.А.

Ивичева С.Н.