

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.04 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 8.10.2015 г. № 4-2015

О присуждении ПОРОДЗИНСКОМУ ИГОРЮ АЛЕКСАНДРОВИЧУ
гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом» в виде рукописи по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов принята к защите 21 мая 2015 г., протокол № 3-2015 диссертационным советом Д 002.060.04 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49, созданным приказом № 2260-2872 от 28.12.2009г.

Соискатель, Породзинский Игорь Александрович, 1989 года рождения, в 2011 году окончил Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», в 2014 г. освоил программу подготовки научных кадров в очной аспирантуре Акционерного общества «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита "НИИграфит", предприятие госкорпорации «РОСАТОМ», работает научным сотрудником отдела инновационного развития и перспективных технологий АО «НИИграфит».

Диссертация выполнена в Акционерном обществе «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита "НИИграфит"».

Научный руководитель – доктор технических наук Самойлов Владимир Маркович, начальник отдела инновационного развития и перспективных разработок Акционерного общества «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита "НИИграфит"».

Официальные оппоненты:

1) Ножкина Алла Викторовна, доктор технических наук, профессор, научный руководитель лаборатории «Исследования алмазов, синтеза СТМ и оценки соответствия изделий из них» ОАО Научно-исследовательский институт природных, синтетических алмазов и инструмента «ВНИИАЛМАЗ»

2) Еремеева Жанна Владимировна, доктор технических наук, доцент кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, г. Москва, в своем положительном заключении о диссертации, рассмотренном на заседании Института высокотемпературных материалов и технологий РХТУ им. Д.И. Менделеева, и подписанном доктором химических наук, профессором Беляковым А. В. и секретарём заседания Института высокотемпературных материалов и технологий РХТУ им. Д.И. Менделеева, кандидатом технических наук, Чернецкой Н.С., утвержденном и.о. ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева, д.ф.-м.н., профессором Аристовым Виталием Михайловичем указала, что учитывая актуальность, научную

новизну и практическую значимость полученных результатов, диссертационная работа Породзинского Игоря Александровича «Высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом» является завершённой научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований сформулированы и научно обоснованы решения, обеспечивающие возможность получения целого ряда карбидкремниевых материалов с использованием отечественной сырьевой базы, а также получение из них тонкостенных длинномерных изделий. Внедрение результатов работы вносит вклад в развитие экономики страны и способствует решению проблемы импортозамещения материалов и изделий. Диссертационная работа соответствует требованиям Положения о присуждении учёных степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а её автор – Породзинский Игорь Александрович, заслуживает присуждения ему степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Ведущая организация в своем положительном заключении делает соискателю следующие замечания:

1. Полученные керамические трубы пока не достигли уровня свойств, предъявляемых к оболочкам ТВЭЛ, особенно по пористости. Требуется продолжение работ в этом направлении и разработка методов, позволяющих обеспечить отсутствие нежелательных примесей, полное отсутствие проницаемости изделий, минимальную закрытую пористость и достаточно высокую трещиностойкость.

2. Вторая глава несколько перегружена иллюстрационным и справочными материалами.

3. Используемое для получения РСКК сырьё имеет большое количество примесей, что приводит к невозможности изготовления бездефектного материала, сильно повышая его анизотропность, и может негативно сказаться при его эксплуатации в реакторостроении.

4. Не используется прямой метод оценки радиационной стойкости материала.

Соискатель имеет 8 опубликованных по теме диссертации работ, в том числе 2 работы в рецензируемых научных изданиях, 1 печатная работа принята к печати и прошла рецензирование, 1 патент РФ на изобретение и положительное решение на патент РФ.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Самойлов В.М., **Породзинский И.А.** Получение и исследование карбидкремниевых материалов на основе реакционносвязанного карбида кремния / Перспективные материалы. 2014. № 3. – С. 67-71.

Для технологии реакционносвязанного карбида кремния (РСКК) были проведены расчеты и определены области значений плотности заготовки и содержания SiC, соответствующие максимальной плотности конечного образца при минимальных количествах остаточного углерода и кремния. На основании полученных данных по технологии РСКК были изготовлены образцы карбидкремниевой керамики. Соискателем лично были проведены все экспериментальные работы по подготовке образцов для силицирования. Исследование образцов и анализ полученных данных проводились при его непосредственном участии.

2. Трофимова Н.Н., **Породзинский И.А.**, Чеблакова Е.Г., Самойлов В.М. Количественный рентгенофазовый анализ карбидкремниевой керамики / Известия ВУЗов. Химия и химическая технология. 2013. Т. 56. Вып. 5. – С. 45-48.

Методом рентгенофазового анализа соискателем проведено исследование образцов карбидкремниевой керамики, полученной по технологии РСКК. Для оценки корректности определения SiC и Si в исследуемых материалах проводили измерения на образцах с заданным составом. Результаты рентгенофазового анализа сопоставлялись с данными, полученными химическим анализом.

3. **Породзинский И.А.**, Самойлов В.М., Яштулов Н.А. Влияние гранулометрического состава наполнителя графитовой основы на структуру и плотность силицированного графита / Материаловедение. 2015. Вып. 10.

Соискателем получены экспериментальные и расчетные данные, показывающие, что для получения силицированного графита методом пропитки, оптимальный диапазон размеров пор графитовой основы составляет от 80 до 120 мкм. Показано, что для полного превращения пористой графитовой основы в карбид кремния, объем расплава кремния должен превосходить по объёму пористость заготовки в 1,7 раза, однако на практике этот показатель не превышает 1,4, что соответствует оптимальной плотности графитовой основы 0,8-0,9 г/см³. Анализ экспериментальных данных и расчетные работы проводились лично диссертантом.

4. Патент № 2514041 Российская Федерация. Углеродсодержащая композиция для получения реакционно-связанного карбида кремния / **Породзинский И.А.,** Самойлов В.М. (Россия); заявитель ОАО «НИИГрафит»; заявка № 2012127190 от 29.06.2012; опубликовано 25.02.2014. – 6 с.

Авторами разработана технологическая схема получения карбидкремниевой керамики по технологии РСКК с использованием трехкомпонентной шихты: карбид кремния, углерод, фенольное связующее. Соискателем были проведены все экспериментальные работы по подготовке образцов для силицирования. Исследование образцов, анализ полученных данных и расчетные работы проводились при его непосредственном участии.

5. Заявка на патент № 2014118314 от 7.05.2014 Российская Федерация (Положительное решение). Композиция тонкостенных трубчатых элементов и способ получения тонкостенных трубчатых элементов. / Самойлов В.М., **Породзинский И.А.** (Россия); заявитель ОАО «НИИГрафит».

Авторами разработана технологическая схема получения тонкостенных длинномерных труб из карбида кремния по технологии РСКК. Изделие предназначено для использования в системах охлаждения перспективных реакторов, а также в любых агрессивных средах, сохраняя длительную работоспособность при температурах более 700°С. Соискателем проведены все экспериментальные работы по подготовке и исследованию образцов.

На диссертацию и автореферат в Диссертационный совет поступило **10 отзывов**. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв заместителя генерального директора по науке ЗАО «НТЦ «Бакор», кандидата технических наук Тарасовского Вадима Павловича содержит следующие замечания:

- Стр.3 (третий абзац снизу) «...карбидкремниевых материалов, не уступающих по своим характеристикам зарубежным аналогам ведущих мировых производителей...». В автореферате нет информации о свойствах зарубежных материалов и сравнении их со свойствами разработанных материалов.

- Стр.7 (второй абзац сверху) «...из данных графиков зависимость прочности и модуля Юнга от содержания фазы SiC в материале носит экспоненциальный характер...». В автореферате нет доказательств того, что эта зависимость носит экспоненциальный характер.

2. Отзыв заместителя генерального директора по технологическому развитию ООО «ГрафитЭл-МЭЗ», кандидата технических наук Шилов Дмитрия Валентиновича содержит следующее замечание:

- В пояснении к рисунку 3 не совсем корректно утверждение о влиянии расчётного диаметра пор на плотность заготовок, т.к. плотность углеграфитовых материалов зависит от объёма пор, при этом размер пор может сильно различаться.

3. Отзыв и.о. начальника сектора лаборатории №13 «Керамические композиционные материалы, антиокислительные покрытия и жаростойкие эмали» ФГУП ВИАМ Сорокина Олега Юрьевича содержит следующее замечание:

- Из текста автореферата не совсем понятно, каким образом определялся средний диаметр пор образцов (ртутная порометрия, металлографический метод) и почему автором предложено определять его значение как $0,8\delta_{ср}$.

4. Отзыв доцента кафедры химической технологии углеродных материалов РХТУ им. Д.И. Менделеева, кандидата химических наук Вержичинской Светланы Владимировны содержит следующие замечания:

- Рисунки 7 и 8 автореферата малоинформативны ввиду того, что выполнены в черно-белом формате.

- В таблице 3 на стр. 17 автореферата приведены два субъективных параметра (возможность формования и однородность массы), причем обоснование выбора той или иной оценки представлено недостаточно.

5. Отзыв доцента кафедры Химии и электрохимической энергетики Национального исследовательского университета «МЭИ», кандидата технических наук Ланской Ирины Игоревны без замечаний.

6. Отзыв заведующего лабораторией ФГБУН ИХФ РАН им. Н.Н. Семенова, доктора химических наук Стрелецкого Андрея Николаевича содержит следующие замечания:

- Автореферат имеет ряд редакционных погрешностей, недостаточную четкость и самосогласованность различных разделов. В частности, рецензент не смог найти в выводах ответ на поставленную задачу №1 (влияние фазового состава на физико-механические и теплофизические свойства).

7. Отзыв генерального директора ЗАО «ВИГО СМИТ» Пермякова Игоря Вячеславовича содержит следующее замечание:

- В автореферате имеются многочисленные недочёты в оформлении, такие как на с.7 рис.1, с.9 рис.3, с.10 рис. 5.

8. Отзыв профессора кафедры «Химии и технологии редких, рассеянных элементов, композиционных и наноразмерных материалов» МИТХТ им. М.В. Ломоносова, доктора технических наук Левинского Юрия Валентиновича без замечаний.

9. Отзыв заведующего отделом технологии строительных материалов Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра РАН, доктора химических наук Гришина Николая Никитовича содержит следующее замечание:

- На рис. 11, 12, видимо, представлено по два распределения, в одном случае пор в полученных материалах, во втором - распределение частиц исходного графита по размерам. И то и другое важно с точки зрения теории и

практики получения конечного продукта, но приведя эти данные, автор не стал подробно обсуждать вытекающие из этих распределений выводы, а ограничился констатацией факта наличия этих распределений.

10. Отзыв заместителя директора по науке АО «НИИ Электроугольных изделий», кандидата химических наук Семенов Дмитрий Александровича содержит следующее замечание:

- В работе недостаточно подробно описаны условия силицирования образцов, в то время как температура и время процесса оказывают значительное влияние на структуру и свойства получаемого изделия.

Выбор ведущей организации и официальных оппонентов обосновывается тем, что ФГБОУ ВПО РХТУ им. Д.И. Менделеева занимается научно-исследовательскими работами во многих отраслях материаловедения, в том числе в области огнеупорных и высокоогнеупорных керамических материалов. Официальный оппонент Ножкина Алла Викторовна является признанным специалистом в области кристаллизации алмазных материалов из металлических расплавов-растворов углерода. Официальный оппонент Еремеева Жанна Владимировна является известным специалистом в области порошковой металлургии и композиционных материалов.

В дискуссии приняли участие: 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, директор Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН); 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); доктор технических наук **Бурцев Валентин Трофимович** (в.н.с. лаборатории физикохимии металлических расплавов им. Академика А.М. Самарина, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), доктор химических наук, академик РАН **Бузник Вячеслав Михайлович** (главный научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материалов им. А.А. Байкова Российской академии наук, директор Инновационно-технологического центра Российской академии наук «Черноголовка», советник Генерального директора Всероссийского научно-исследовательского института авиационных материалов), доктор химических наук **Киселёва Надежда Николаевна** (заведующая лабораторией полупроводниковых материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук); доктор химических наук **Падалко Анатолий Георгиевич** (заведующий лабораторией физикохимии баротермических процессов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук); доктор технических наук **Панов Владимир Сергеевич** (профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»); член-корреспондент РАН, доктор технических наук **Баринов Сергей Миронович** (заведующий лабораторией керамических композиционных материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук); доктор химических наук **Каргин Юрий Федорович** (заведующий лабораторией физико-химического анализа керамических материалов, 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:

1. Разработаны технологические схемы получения пористого графитированного материала (аналога графита ПГ-50) на основе высокотемпературного пека и пекового кокса с применением виброизмельчения, а также на основе фенолформальдегидной смолы и графита с применением роторного измельчения. Для каждой схемы определены оптимальный компонентный и гранулометрические составы исходной шихты, получены опытные образцы силицированного графита с высокими физико-механическими ($\sigma_{сж}$ до 608 МПа), теплофизическими свойствами и содержанием фазы SiC до 75 мас.%.
2. Установлено, что полнота силицирования графита определяется распределением пор по размерам и обеспечивается в интервале размеров пор от 80 до 120 мкм.

3. Предложена технологическая схема получения реакционносвязанного карбида кремния на основе тонкодисперсного наполнителя со средним размером зерна порядка 30,0 мкм. Получены опытные образцы карбидкремниевой керамики с высокими физико-механическими (σ_c до 2235 МПа), теплофизическими свойствами и высоким содержанием SiC (до 98 мас.%). Разработаны технические условия (№ 2155-091-00200851-2015) и директивный технологический процесс получения реакционносвязанного карбида кремния (№ 00200851-231-2015).

4. Разработан способ получения изделий сложной формы – тонкостенных длинномерных труб из реакционносвязанного карбида кремния с применением экструдерного формования. Определён оптимальный компонентный состав, технологические параметры процессов смешения, формования и термообработки. Получены изделия с содержанием фазы SiC до 93 мас.%

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- **изложены** доказательства того, что физико-механические и теплофизические свойства карбидкремниевых материалов различных классов (СГ, РСКК, СКК) подчиняются единым зависимостям, приведённым в работе;

- **изучены** зависимости свойств и фазового состава получаемых карбидкремниевых материалов от свойств и фазового состава исходных заготовок и технологии их получения;

- **доказано**, что полноту силицирования пористой графитовой основы обеспечивают транспортные поры размером 80-120 мкм;

- **показана** возможность получения бездефектных изделий сложной формы, а именно длинномерных тонкостенных труб из карбида кремния, с использованием экструдерного формования.

Применительно к проблематике диссертации использован широкий спектр методов исследования: рентгеновский дифракционный анализ, лазерный дифракционный анализ, сканирующая электронная микроскопия, термогравиметрический анализ, рентгеновская дефектоскопия.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики заключается в разработке новых технологических схем получения целого ряда современных карбидкремниевых материалов с высокими физико-механическими показателями, высоким содержанием фазы SiC в них, для различных отраслей промышленности; создана система практических рекомендаций, позволяющая получать высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом и физико-механическими свойствами.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

— экспериментальные результаты получены на современном высокоточном сертифицированном оборудовании;

– полученные в работе новые карбидкремниевые материалы подтвердили адекватность компьютерной модели, разработанной в диссертации;

– работа базируется на обобщении передового опыта разработок в области получения и исследования карбидкремниевой керамики.

Личный вклад соискателя состоит в:

– проведении всех экспериментальных работ по подготовке образцов на основе исследуемых углеродных и карбидкремниевых материалов;

– непосредственном участии автора в проведении физико-механических, физико-химических и рентгеноструктурных исследований;

– анализе и обобщении экспериментальных данных, формулировке выводов;

– непосредственном участии автора в апробации результатов работы на российских и международных конференциях;

– подготовке основных публикаций и патентов по представленной к защите работе.

Диссертационный совет констатирует, что диссертация Породзинского И.А. представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решены следующие актуальные задачи: 1) выявлена взаимосвязь между свойствами карбидкремниевой керамики и содержанием фазы SiC в ней; 2) разработаны 3 технологические схемы получения карбидкремниевых материалов с использованием отечественной сырьевой базы; 3) разработан способ получения бездефектных тонкостенных труб с содержанием карбида кремния до 93 мас. %.

На заседании 08.10.2015 г. Диссертационный совет пришел к выводу о том, что работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским

