

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы Шокодько Александра Владимировича «Окислительное конструирование компактных керамик на основе нитридов V, Nb, Ta и Ti», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Диссертационная работа Шокодько А.В. посвящена вопросу разработки способа получения нитридов тугоплавких металлов ванадия, ниобия, тантала и титана с применением подхода окислительного конструирования металлических преформ в среде газообразного азота. Окислительное конструирование позволяет изготавливать керамические изделия сложной формы из заранее подготовленного металлического темплата (преформы) за счет гетерогенного окисления, позволяющего контролировать формоизменение окисленного слоя. Последние годы особое внимание уделяется отраслям промышленности, отвечающим за выпуск материалов со специальными функциональными свойствами, среди которых особое место занимают тугоплавкие неметаллические материалы на основе бескислородной керамики. В частности, нитриды металлов характеризуются рекордным набором функциональных и прочностных характеристик. Однако, процесс их консолидации из порошков наталкивается на фундаментальные трудности массопереноса при спекании, что требует применения специальных методов, таких, как электроискровое спекания (SPS) и горячее прессование. В случае сложнофасонных изделий это значительно усложняет технику специального спекания, т.к. требует, например, горячего изостатического прессования. В то же время, спекание, сопровождаемой химической реакцией, в данном случае – газофазного окисления, позволяет существенно интенсифицировать массоперенос и, следовательно, внести заметный вклад в уплотнение керамики. В этой связи выбранная автором тема представляется крайне актуальной.

В ходе диссертационного исследования разработан метод получения компактных тугоплавких нитридов заданной формы, не требующих спекания и последующей механической обработки. Представлены результаты исследований химических и фазовых превращений, протекающих при азотировании компактных нитридов ванадия, ниобия, тантала и титана, полученных в ходе анализа данных состава и структуры образцов. Приведены результаты исследований процесса фазообразования нитридов на примере нитрида ниобия в процессах окислительного конструирования. Описаны результаты эксперимента по регулированию диффузионными процессами для получения изделий сложной формы - компактных нитридных керамик с внутренней полостью и без таковой.

Научная новизна работы заключается в разработке физико-химических подходов к окислительному конструированию новых компактных керамических материалов на основе нитридов металлов ванадия, ниобия, тантала и титана в среде молекулярного азота получены. Комплексными исследованиями с применением методов измерения электрической проводимости, рентгеноструктурного анализа, растровой электронной микроскопии определен порядок фазовых превращений в ряду Nb → твердый раствор → Nb<sub>2</sub>N → Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, определена зависимость конверсии нитридов ниобия от времени процесса. Исследованы диффузионные процессы переноса атомов металла на поверхность и азота внутрь преформы. Установлено, что образующийся на поверхности оксидный слой запирает диффузию азота внутрь и вместе с тем не препятствует диффузии ионов металла на границу металл/азот. На примере азотирования ниобия показано, что на основе этого процесса возможно получение нитридных керамик, содержащих полость.

Практическая значимость работы заключается в разработке одностадийного способ получения нитридов требуемого фазового состава с сохранением заранее заданной геометрии образца путем азотирования тугоплавких металлов 4-ой и 5-ой групп в газообразном азоте. Разработана и создана установка на базе печи СШВЭ-1.2,5/25-ИЗ УХЛУ1 для получения компактных нитридов металлов с площадью поперечного сечения ~ 18 мм<sup>2</sup>. Методом окислительного конструирования в среде газообразного азота получены гетерофазные образцы нитрида титана из металлических преформ с площадью поперечного сечения ~ 18мм<sup>2</sup> при температуре выше температуры плавления титана. Экспериментально подтверждена возможность использования подхода окислительного конструирования для получения “массивных” гетерофазных нитридных керамик. Разработан режим получения полых нитридных керамик из металлического ниобия, основанный на различной скорости диффузии в системе металл/газ-окислитель.

По работе имеются следующие замечания.

1. В главе пять приведены средние значения показателей механических свойств полученных нитридов в частности модуля Юнга и значения твердости по результатам наноиндентирования, из реферата не вполне ясно проводилось ли сравнение данных показателей с таковыми для нитридной керамики, полученной другими способами.

2. Из текста реферата неясны показатели уплотнения и рекристаллизации: значения плотности нитридного слоя и средние размеры зерен керамики.

Указанные выше замечания имеют характер пожеланий и не снижают общей положительной оценки работы.

Положения, изложенные в автореферате, соответствуют паспорту специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Диссертационная работа удовлетворяет требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней, утвержденного Постановлением Правительства

Российской Федерации от 24<sup>1</sup> сентября 2013 г., № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор - Шокодько Александр Владимирович - заслуживает присвоения ему искомой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

доцент кафедры междисциплинарного материаловедения  
факультета наук о материалах МГУ имени М.В.Ломоносова,  
канд.хим.наук

В.И. Путляев

18.04.2018

Валерий Иванович Путляев, доцент, канд.хим. наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия; Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова», факультет наук о материалах, 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 73, факультет наук о материалах; кафедра междисциплинарного материаловедения, телефон +7(495) 939-24-69, электронный адрес [valery.putlayev@gmail.com](mailto:valery.putlayev@gmail.com)

Подпись Путляева В.И. и достоверность сведений подтверждаю



зам.декана факультета наук о материалах МГУ,  
профессор, д.х.н. А.В. Кнотько