

«УТВЕРЖДАЮ»



И.о. ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева

В.М. Аристов

09 2015 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Породзинского Игоря Александровича по теме: «Высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

В настоящее время в РФ существует значительное технологическое отставание в области получения карбидкремниевой керамики. Основные производственные мощности сконцентрированы на выпуске таких марок силицированного графита, как СГП, СГМ и СГТ. Основные разработки также сконцентрированы в этом направлении.

В то же время, уникальные свойства силицированного графита - высокая прочность, эрозионная и коррозионная стойкость, химическая инертность и т.д., обуславливают широкую область его применения. В ряде случаев необходимым и достаточным является применение материала с относительно невысоким (порядка 50-60 мас. %) содержанием карбида кремния в заготовке. Как правило, необходимо иметь материал, имеющий минимальное содержание свободного углерода и кремния в своем составе и максимально высокое процентное содержание фазы SiC (80-95 мас. % и выше).

Отдельно следует обратить внимание на то, что современное развитие ядерного реакторостроения, в том числе создание перспективных реакторов IV поколения, движется по пути увеличения доз и температуры облучения в активной зоне. В результате, дальнейшее использование радиационно-стойких сталей становится невозможным и на повестке дня стоит вопрос о возможности замены их на изделия из карбидкремниевой керамики.

В связи с этим диссертационная работа И.А. Породзинского, посвященная созданию перспективной технологии получения высококачественных конструкционных карбидкремниевых материалов с применением новой сырьевой базы, является, безусловно, актуальной, своевременной и перспективной.

Представленная диссертационная работа И.А. Породзинского содержит введение, аналитический обзор литературы, методическую и экспериментальную части, выводы и прилагаемые акты использования результатов НИР.

В литературном обзоре диссертации приведены основные сведения о карбидкремниевой керамике, описаны возможные кристаллические полиморфы SiC . Подробно изложены четыре основные технологии получения подобных материалов: технология силицированного графита, реакционносвязанного карбида кремния, самосвязанного карбида кремния и технология получения композиционных материалов на основе SiC волокон. Показаны различия в свойствах и микроструктуре получаемых изделий. Особое внимание уделено процессу силицирования заготовок. Также уделено значительное внимание возможным областям применения подобных изделий и подробно описаны их свойства. Приведены данные, показывающие, что изделия из карбида кремния обладают высокой радиационной стойкостью вплоть до доз нейтронного облучения в 70 сна и температурах облучения до $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Подробный анализ литературных

данных позволил диссертанту обоснованно наметить конкретные задачи исследования и пути их решения.

Основной целью диссертационной работы является разработка технологических схем получения различных классов карбидкремниевых материалов и изделий из них на основе отечественной сырьевой базы с использованием новых технологических принципов. Для достижения поставленной цели поэтапно решали ряд задач, начиная с проведения компьютерного моделирования для определения необходимых составов исходной шихты и достижения указанных свойств конечного материала, и заканчивая получением карбидкремниевой керамики по технологиям силицированного графита и реакционносвязанного карбида кремния и изготовлением изделий сложной формы (тонкостенных трубы) из них.

При решении поставленных задач диссертант получил ряд новых результатов, представляющих научный интерес и характеризующихся практической значимостью:

1. Получены данные, иллюстрирующие экспоненциальный рост физико-механических характеристик материала (модуль Юнга, прочность на изгиб) при увеличении содержания карбида кремния в нем. В то же время, теплофизические свойства, такие как теплопроводность и ТКЛР, мало меняются в широком диапазоне изменения содержания карбида кремния. Указанная зависимость имеет универсальный характер и выполняется для всех рассмотренных классов материалов, вне зависимости от технологии их получения.

2. Приведено компьютерное моделирование процесса получения карбидкремниевых материалов по плотности и составу исходной заготовки, позволяющее прогнозировать плотность и фазовый состав получаемого материала. Показана возможность получения изделий с прогнозируемыми свойствами, используя предложенные гистограммы. Адекватность модели подтверждена экспериментально в главах 3, 4, 5.

3. Показано, что предъявляемые к пористой основе для силицирования требования по плотности, прочности при сжатии, удельному электросопротивлению, пористости и зольности являются недостаточными. Важным фактором является размер пор графитовой заготовки. Показано, что оптимальный диапазон размеров пор для полного прохождения кремния внутрь заготовки составляет 80-120 мкм. Согласно уточненным требованиям был получен силицированный графит с плотностью до $2,75 \text{ г/см}^3$, содержанием фазы SiC до 73 мас. % и прочностью на сжатие выше 600 МПа.

4. Впервые в отечественной практике разработан способ экструзивного формования и обжига без деформаций труб с толщиной стенки 1 мм и длиной 700 мм из тонкодисперсной карбидкремниевой керамики, с содержанием фазы SiC до 93 мас. %

Среди основных практических результатов следует выделить следующие:

1. Предложены две новые технологические схемы получения силицированного графита на основе новой, отечественной сырьевой базы. Использование пекового кокса, высокотемпературного каменноугольного пека и хлорида натрия позволило получить материал с плотностью до $2,70 \text{ г/см}^3$, и прочностью при сжатии до 490 МПа. Использование искусственного графита и фенольной смолы позволило получить материал с плотность – до $2,75 \text{ г/см}^3$, и прочностью при сжатии до 610 МПа.

2. Предложена технологическая схема получения высокопрочного карбида кремния по технологии РСКК с плотностью до $3,05 \text{ г/см}^3$ и содержанием фазы SiC до 98 мас. %. Разработаны технические условия (№ 2155-091-00200851-2015) и директивный технологический процесс (№ 00200851-231-2015).

3. Разработана технологическая схема получения длинномерных тонкостенных труб, используя экструзионное оборудование. Получены изделия с содержанием фазы SiC до 93 мас. %. Были определены

оптимальные показатели таких технологических параметров получения изделий, как: параметры смешивания, формования и карбонизации.

4. Полученные в диссертационной работе данные использованы для обеспечения выполнения серии НИР с ОАО «ВНИИНМ» им.

А.А. Бочвара и НИР по государственному контракту.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов, содержащихся в диссертации, подтверждается совпадением результатов, полученных различными методами, проведенными на высоком научном и техническом уровне с применением современных методик исследований и современного оборудования. Полученные результаты не противоречат современным научным теориям и согласуются с опубликованными в литературе данными.

Общая оценка диссертационной работы Породинского И.А. положительна. Тематика работы актуальна и перспективна. Объем экспериментальных исследований, охватывающий несколько технологий получения карбидкремниевых материалов, более чем достаточен. В работе использовались современные методы исследования. Полученные результаты проанализированы с привлечением современных теоретических представлений по изучаемому вопросу, имеют научную новизну и практическую значимость.

Диссертация изложена грамотным научным языком, логично и последовательно, хорошо иллюстрирована. Основные результаты работы изложены в 3 научных статьях (3 из которых – в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ) и обсуждены на научных конференциях. Автореферат и публикации достаточно полно раскрывают содержание работы. Результаты работы могут быть использованы на предприятиях, занимающихся производством керамики и керамических изделий, таких как: ФГУП НИИ НПО "Луч", ЗАО "ТОККУУМ", ФГУП ФНПЦ «ПО «Старт» им. М.В. Проценко».

Замечания по диссертационной работе

1. Полученные керамические трубы пока не достигли уровня свойств, предъявляемого 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 сырье имеет большое количество примесей, что приводит к невозможности изготовления бездефектного материала, сильно повышает его анизотропность и может негативно сказаться при его эксплуатации в реакторостроении.

4. Не использован прямой метод оценки радиационной стойкости материала.

Несмотря на указанные замечания в работе сделан важный шаг по пути расширения применения керамики из карбида кремния в различных областях техники. Автором разработана технология формования и спекания длинномерных изделий из керамики на основе карбида кремния, причем, что очень важно, на основе отечественной сырьевой базы.

По тематике, методам исследования, предложенным новым научным положениям, диссертация соответствует паспорту специальности научных работников 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов в части п.1 формулы специальности:

Силикатные и тугоплавкие неметаллические материалы (СиТНМ), включающие:

по химическому составу – оксиды, их соединения, карбиды;
по структуре слагающих фаз – аморфные и кристаллические (монокристаллические, поликристаллические, нанокристаллические);

по особенностям технологии, строению и функциональному назначению – керамика и композиционные материалы на основе SiТНМ, композиционные керамические, нанокоспозиционные;

В части п.2 формулы:

«Физико-химические принципы технологии материалов и изделий из SiТНМ, включают стадии подготовки исходных материалов, смешивания и гомогенизации компонентов, формования заготовок или изделий, их упрочнения, высокотемпературных процессов. Ресурсо- и энергосбережение...»

В части п.4 формулы:

«Решение проблемы «состав-структура-свойство» для конденсированных поли-дисперсных систем...»

В части п.1, п. п. 1.2 Области исследований:

«1.1. Физико-химические основы технологии и свойства материалов и изделий.

Материаловедение. Применение.

1.2. Керамические и огнеупорные материалы и изделия на их основе. Получение исходных материалов, в том числе порошков с требуемой структурой (химическим и фазовым составом, формой частиц, размером, распределением по размеру); смешивание компонентов; формование заготовок; процессы обжига и спекания...»

Автореферат полностью отражает основное содержание диссертации.

Учитывая актуальность, научную новизну и практическую значимость полученных результатов, считаем, что диссертационная работа Породинского Игоря Александровича «Высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом» является завершенной 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 ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а её автор – Породинский Игорь Александрович, заслуживает присуждения ему степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.11 - ТСТНМ.

Диссертация рассмотрена, отзыв заслушан и утвержден на заседании Института высокотемпературных материалов и технологий РХТУ им. Д.И. Менделеева 11 сентября 2015 года, протокол № 2.

Председатель,

д.х.н., проф.

А.В. Беляков

Секретарь заседания,

к.т.н.

Н.С. Чернецкая

Контактная информация:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»

Российская Федерация, 125047, Москва, Миусская пл., д. 9; телефон: (499) 978-86-44; rector@muctr.ru; www.muctr.ru

Подписи Белякова А.В. и Чернецкой Н.С. удостоверяю

И.о. Ученого секретаря РХТУ им. Д.И. Менделеева

Д.т.н., проф.

