

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
АО «ОНПП «Технология»
им. А.Г.Ромашина» по науке и развитию,
канд. техн. наук



О.Н.Комиссар
« 17 » апреля 2018 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации АО «ОНПП «Технология»
на диссертационную работу Перевислова Сергея Николаевича
«Материалы на основе карбида и нитрида кремния с оксидными активирующими добавками для изделий конструкционного назначения», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов»

Актуальность темы определяется недостаточной проработкой вопросов, связанных с созданием новых керамических материалов, обладающих одновременно хорошими высокотемпературными, коррозионными и трибологическими свойствами, в особенности перспективных материалов на основе карбида и нитрида кремния, полученных жидкофазным спеканием. Вопросы влияния различных факторов на повышение уровня механических и эксплуатационных характеристик, прежде всего трещиностойкости (K_{IC}), возможности уменьшения количества оксидных активирующих добавок, снижение температуры жидкофазного спекания, также недостаточно изучены. Учитывая, что производство микропорошков карбида и нитрида кремния с заданной морфологией, а также керамики с высоким уровнем физико-технических свойств на их основе, в промышленных масштабах в России отсутствует, можно утверждать, что научная проблема, сформулированная в диссертационной работе С.Н. Перевислова, является актуальной.

Основное внимание в работе уделено разработке физико-химических принципов проектирования свойств композиционных материалов на основе карбида и нитрида кремния с активирующими спекание оксидными добавками, а также поиску и реализации методов модифицирования структуры и консолидации керамики для изделий широкого спектра применения.

Цели и задачи диссертации четко сформулированы и определяют структуру работы.

Работа выполнена на 346 страницах машинописного текста и включает введение, пять глав, заключение и список литературы, состоящий из 617 наименований. Диссертация содержит 197 рисунков 84 таблицы.

В **Главе 1**, посвященной обзору литературы по тематике исследований (стр. 18–65), автором рассмотрено современное состояние вопроса в области получения и анализа материалов на основе карбида и нитрида кремния, полученных жидкофазным и другими методами спекания. Показаны преимущества различных оксидных активирующих добавок, свойства материалов, полученных разными методами спекания, а также области применения материалов на основе карбида и нитрида кремния. Основываясь на анализе отечественной и зарубежной литературы последних десятилетий, С.Н. Перевислов сумел проанализировать основные положительные и отрицательные особенности разных типов керамики, а также выявить возможные пути улучшения свойств керамики, применяя разные способы ее спекания.

В **Главе 2** приведено описание используемых материалов и методов исследования (стр. 66–72). В этой части важно отметить использование для выполнения работы оборудования ведущих Российских научных и материаловедческих центров, а также творческое сотрудничество и всестороннее обсуждение результатов со специалистами соответствующих областей знаний. Преимуществом работы является также использование диссертантом новейшего уникального оборудования и методик для получения плотных материалов на основе SiC и Si₃N₄ и анализа их свойств.

Главы 3-5 посвящены экспериментальной части работы. В Главе 3 рассмотрены материалы на основе SiC с 5–20 % мас. добавок Al₂O₃ и Y₂O₃, полученные методом жидкофазного спекания. Отмечен высокий уровень механических свойств, достигнутый на материале 90 % мас. SiC+10 % мас. YAG (алюмоиттриевый гранат).

В рамках работы была оптимизирована технология спекания SiC-материалов с добавкой в системе MgO–Y₂O₃–Al₂O₃ (MYA), с учетом эвтектической точки на линии гранат–шпинель с температурой плавления 1775 °С, что позволило существенно снизить температуры спекания материалов этой системы.

Доказана целесообразность использования наноразмерных порошков оксидов для повышения механических характеристик, разработаны оптимальные составы и технологические режимы для достижения максимального уровня свойств. Показана перспективность использования метода соосаждения.

Реализованы технологические приемы получения плотных керамических материалов SiC+YAG методами искрового плазменного спекания и горячего прессования, при этом лучшие результаты были достигнуты при использовании второго метода. Для повышения трещиностойкости композиционной керамики материалы армировали высокопрочными волокнами SiC_f и нитевидными кристаллами SiC_w, проанализированы оптимальные составы.

Изучено влияние армирования (самоармирования) на свойства материала, позволяющее значительно увеличить трещиностойкость керамики.

В Главе 4 отражены результаты исследования технологических приемов получения плотных материалов с высоким уровнем физико-механических свойств по

методу жидкофазного спекания с добавкой оксидов YAG. Показано влияние степени дисперсности исходного порошка нитрида кремния на свойства конечного материала. Определен оптимальный для достижения высокого уровня механических характеристик состав материала на основе Si_3N_4 (полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС)).

Проведен сопоставительный анализ материалов в исследуемых системах, полученных с использованием различных методов (соосаждения из растворов солей, азотирования, искрового плазменного спекания, горячего прессования, спекания в камерах высокого давления газа). Изучено влияние армирования нитевидными кристаллами Si_3N_4 и углеродными волокнами на свойства горячепрессованных материалов на основе Si_3N_4 , определено оптимальное количество и вид армирующего компонента – 20 % углеродных волокон (объемн.).

Глава 5 посвящена всестороннему исследованию свойств материалов на основе карбида и нитрида кремния - теплофизических, термомеханических, трибологических, а также коррозионной и динамической стойкости.

Немаловажно, что большое внимание уделено диссертантом исследованию значимых для конструкционных материалов свойств - теплопроводности, КЛТР, высокотемпературной прочности. Для исследуемых материалов выявлена корреляция указанных свойств со структурными характеристиками, которые, в свою очередь, зависят от технологии изготовления.

В процессе изучения коррозионной стойкости керамики в растворах кислот и солей и расплаве свинца выявлены наиболее стойкие к воздействию агрессивных реагентов материалы, которые можно рекомендовать для применения в атомных реакторах.

Проведенные испытания на трение позволили определить оптимальные с этой точки зрения составы. Проанализирована также перспективность использования материалов на основе SiC в элементах бронезащиты.

Исследования эксплуатационных характеристик материалов на основе карбида и нитрида кремния показали возможность их применения в деталях прессовочного оборудования, элементах подшипниковых узлов, а также в качестве футеровочных пластин.

Представленные в работе исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы.

Научную новизну диссертационной работы определяют следующие результаты исследований, полученные лично автором:

1. Научно обоснованы закономерности прохождения химических реакций между карбидом кремния и оксидами, показавшие стабильность высокотемпературных характеристик материалов данной системы;

2. Изучен процесс смачивания карбидокремниевого материала оксидным расплавом MgO , даны практические рекомендации по спеканию карбида и нитрида кремния с оксидами;

3. Впервые разработаны композиционные керамические материалы на основе микронных, субмикронных и наноразмерных порошков карбида и нитрида кремния с добавками субмикронных и наноразмерных оксидов, что позволило получить керамику на основе SiC с высокой прочностью на изгиб до 700 МПа;

4. Разработаны принципы получения и проведен анализ свойств материалов на основе SiC и Si₃N₄ с оксидами, введенными в состав раствором перемешиванием компонентов (методом соосаждения из раствора солей);

5. Установлены закономерности влияния содержания оксидной активирующей добавки на высокотемпературную прочность материалов;

6. Показаны зависимости свойств материалов на основе SiC и Si₃N₄ от технологии получения - искрового плазменного спекания, горячего прессования и спекания в камерах высокого давления.

Научная значимость результатов исследований заключается в том, что разработанные и научно обоснованные новые подходы позволяют управлять свойствами материалов на основе карбида и нитрида кремния, модифицированных наноразмерными частицами для увеличения прочностных характеристик, или волокнами и нитевидными кристаллами для повышения уровня трещиностойкости.

Ряд подходов, также предложенных впервые, например, получение шихтовых материалов методом растворного перемешивания нитратов с порошками карбида и нитрида кремния, с последующим переводом нитратов в оксиды, а также получение материалов методом искрового плазменного спекания, позволяют получать материалы с высокой плотностью.

Сделанные выводы согласуются с современными представлениями о физико-химических процессах, протекающих при высокотемпературном спекании.

Практическое значение работы определяется тем, что решенные задачи разработки и исследования материалов на основе нитрида и карбида кремния нашли применение в ряде технологических процессов, что подтверждено соответствующей технической документацией:

– ТИ № 8415–022–07529945–2007 «Изготовление заготовок и образцов деталей из спеченного карбида кремния»;

– ТР № 020956790.209–2008 «Технологический регламент изготовления микропорошков карбида кремния с добавками алюмоиттриевого граната и тройной эвтектической смеси оксидов в системе MgO–Y₂O₃–Al₂O₃ методом химического соосаждения»;

– ТР № 020956790.210–2008 «Технологический регламент изготовления микропорошков алюмоиттриевого граната и тройной эвтектической смеси оксидов в системе MgO–Y₂O₃–Al₂O₃ методом высокоскоростной закалки расплава»;

– ТР № 14–726/29–2009 «Технологический регламент изготовления заготовок и образцов деталей из спеченного карбида кремния»;

– ТУ № АДИ 577–2009 «Керамические изделия из спеченного карбида кремния».

– ТУ № АДИ 578–2009 «Аморфизированные оксидные микропорошки».

Отработанная технология опытно-промышленного производства футеровки мельниц из карбида кремния, полученного по механизму жидкофазного спекания, успешно внедрена на предприятии ООО «Бифорс».

Результаты исследований могут быть использованы в качестве учебного материала для студентов-технологов различных ВУЗов.

Замечания по диссертационной работе:

1. Для названия материалов в работе часто используются аббревиатуры, например, LPSSiC – жидкофазно-спеченный карбид кремния, при этом не уточняется конкретный состав (количество и вид вводимых оксидных добавок), технологические особенности получения материалов, что затрудняет понимание работы в целом.

2. По практическому применению автором указаны направления только для изделий, полученных в рамках работы. Считаю необходимым, с учетом проведенного исследования свойств, более широко определить возможные области применения материалов, в первую очередь для двигателестроения.

3. В работе не указаны геометрические параметры образцов для определения некоторых свойств, например, высокотемпературной прочности, а также методика измерения прочности на изгиб (количество точек приложения нагрузки, скорость нагружения, среда).

4. Исследования прочности при изгибе материалов на основе нитрида кремния, полученных спеканием и горячим прессованием, показали заметное снижение значений при высоких температурах. В то же время известны горячепрессованные керамические материалы на основе нитрида кремния, разработанные в России, с использованием ультрадисперсных плазмохимических порошковых композиций, высокий уровень прочности которых сохраняется до температуры 1400°C. К сожалению, автор не приводит сравнение с указанными материалами.

Замечания носят рекомендательный характер, могут быть учтены автором в дальнейших публикациях по теме исследования и не влияют на общую оценку диссертационной работы.

Заключение

Диссертационная работа выполнена автором самостоятельно на достаточном высоком научном уровне, стиль изложения доказательный, имеется достаточное количество исходных данных, пояснений, рисунков, графиков, подробных расчетов. По каждой главе и работе в целом имеются выводы. Основные этапы работы, выводы и результаты представлены в автореферате. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации. Диссертация представляет собой завершённую научно-исследовательскую работу, выполненную на актуальную тему, в которой, на основании выполненных автором исследований, разработаны теоретические положения, совокупность которых можно квалифицировать как научное достижение в области создания новых силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Задачи, решенные диссертантом в работе, имеют существенное значение для разных отраслей народного хозяйства и могут быть использованы при производстве футеровки печей, элементов летательных аппаратов, высокотемпературных и броневых материалов, узлов трения, сопел для пескоструйной обработки, режущего инструмента, высокотемпературных экранов, деталей и узлов газотурбинных двигателей.

Работа является законченной и соответствует, на наш взгляд, критериям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Перевислов Сергей Николаевич, заслуживает присуждения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Диссертационная работа Перевислова С.Н. «Материалы на основе карбида и нитрида кремния с оксидными активирующими добавками для изделий конструкционного назначения» обсуждена на заседании Ученого совета АО «ОНПП Технология» им. А.Г.Ромашина» 19 февраля 2018 г., проект отзыва одобрен на том же заседании (Протокол № 4-2018).

Главный советник генерального директора
АО «ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина»
доктор технических наук, профессор,
академик Всемирной академии керамики

В.В.Викулин

Ученый секретарь
АО «ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина»,
кандидат технических наук

Н.И.Ершова

*Подпись главного советника генерального
директора В.В. Викулина*

ученого секретаря Н.И. Ершовой



начальника отдела кадрового администрирования В.Н. Чурашова