

ОТЗЫВ

официального оппонента к.т.н. Тарасовского Вадима Павловича
на диссертационную работу Титова Дмитрия Дмитриевича «Влияние
дисилицида вольфрама и модифицирующих добавок на свойства керамики на
основе MoSi_2 », представленную на соискание ученой степени кандидата
технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и
тугоплавких неметаллических материалов» в диссертационный совет Д
002.060.04 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки
Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской
академии наук.

1. Актуальность темы диссертационной работы

Силициды представляют важный и обширный класс соединений, широко использующихся в металлургии, химии, машиностроении, космической, атомной, полупроводниковой технике, энергетике. Они отличаются многими важными свойствами – электрофизическими, огнеупорными, антикоррозионными, износостойкостью, что делает их перспективными неорганическими материалами для развивающихся новых областей техники, связанных с использованием высоких температур, скоростей, нагрузок, агрессивных сред. Особый интерес из этой группы материалов представляет дисилицид молибдена (MoSi_2) благодаря наличию у него комплекса таких свойств, как низкое удельное сопротивление (26 мкОм*см) и стойкость к окислению при высоких температурах (до 1700°C). Однако имеющиеся на сегодняшний день материалы на основе MoSi_2 , имеют и ряд недостатков – быстрое окисление MoSi_2 в интервале температур от 500° до 750°C и относительно низкую прочность, что сильно ограничивает применение изделий из этого материала в промышленности. В связи с этим представленная к защите работа, в которой решается задача исследования и создания новых композиционных материалов на основе дисилицида молибдена и дисилицида

вольфрама с модифицирующими добавками, обладающими повышенными эксплуатационными характеристиками является весьма своевременной и актуальной.

2. Основные результаты, полученные соискателем.

Диссертационная работа изложена на 145 страницах и включает введение, обзор литературы, экспериментальную часть, обсуждение полученных результатов, выводы, список литературы из 154 наименований российских и зарубежных авторов. В работе содержится 34 таблицы и 100 рисунков.

Во введение автор диссертационной работы подробно рассматривает структуру и свойства дисилицида молибдена. Достаточно подробно описывает достоинства и недостатки керамических материалов на основе этого соединения, области применения изделий из этого материала. На основании обзора литературы автор делает вывод о необходимости использования различного вида легирующих добавок, чтобы повысить эксплуатационные свойства изделий из керамики на основе дисилицида молибдена. В качестве таких добавок автором работы выбраны дисилициды вольфрама, каолин, алюмосиликаты магния, оксид алюминия и нитрид кремния. В качестве основных эксплуатационных характеристик автором выбраны предел прочности при статическом изгибе, удельная электропроводность и стойкость к окислению при нагревании.

Обзора литературы показывает, что автор диссертационной работы в достаточной мере владеет анализом научно-технической литературы по теме исследования и способен выбрать обоснованные методы решения поставленных задач.

Во второй главе диссертационной работы «Исходные вещества и методы исследования» дана краткая характеристика используемых материалов, описаны разнообразные методики исследования. При проведении исследований автором диссертационной работы использован целый спектр современных

приборов и методов анализа – РФА, электронную микроскопию, РСА, ДСК и др.

В третьей главе «Обсуждение результатов» приводятся экспериментальные результаты исследования влияния на дисилицид молибдена добавки WSi_2 . Проанализировав весь ряд керамических материалов в системе $MoSi_2 + xWSi_2$, автор установил, что керамические материалы в системе $MoSi_2 + 30$ мас.% WSi_2 (70/30) имеют максимальное значение предела прочности при изгибе. Развивая эту тему, автор диссертационной работы исследовал влияния способа получения исходных порошков на свойства керамического материала в системе $MoSi_2$ – WSi_2 : были исследованы свойства керамических материалов спеченных из порошков полученных твердофазным синтезом порошков $MoSi_2$ и WSi_2 и спеканием порошков из СВС-литых твердых растворов $Mo_{1-x}W_xSi_2$. Автором было установлено, что керамические материалы, полученные из порошков твердых растворов $Mo_{1-x}W_xSi_2$, синтезированных СВС-методом, имеют предела прочности при изгибе на 15% больше, чем керамические материалы, полученные твердофазным синтезом из порошков $MoSi_2$ и WSi_2 , благодаря более равномерному распределению компонентов в системе. Дальнейшие исследования были посвящены исследованию влияния оксидных добавок (каолина, алюмосиликатов магния) и Al_2O_3 (в виде алюминий-органической добавки), на свойства керамического материала в системе $MoSi_2$ – WSi_2 . В последней части главы автором приводятся результаты исследования по влияние добавок Si_3N_4 и Si_2N_2O на свойства дисилицида молибдена.

Выбор используемых методов исследования и интерпретация полученных результатов указывают на фундаментальную подготовку автора, и не вызывают возражений. Основные полученные им результаты носят оригинальный характер.

Автореферат, 17 публикаций, среди которых 5 статей, опубликованных в ведущих российских научно-технических журналах, рекомендованных ВАК

Минобрнауки РФ, полностью отражают основное содержание диссертационной работы.

3. Научная новизна.

Показано, что предел прочности при изгибе керамического материала в системе $\text{MoSi}_2\text{-WSi}_2$ имеет максимальное значение при содержании 30 масс. % WSi_2 .

Установлено, что введение оксида алюминия, через его металлоганическое соединение в состав керамики из MoSi_2 и $\text{MoSi}_2\text{-WSi}_2$ приводит к повышению предела прочности при изгибе, стойкости к окислению вследствие снижения открытой пористости, что в свою очередь обусловлено равномерным распределением оксида алюминия в объеме керамики.

Определены закономерности кинетики окисления керамических материалов в системе $\text{MoSi}_2\text{-WSi}_2$ в интервале температур 500 – 750 °C.

Установлено, что применение нитрида кремния волокнистой структуры приводит к повышению предела прочности при изгибе керамического материала в системе $\text{MoSi}_2\text{-Si}_3\text{N}_4$ до 400 МПа, прочность образцов при использовании порошков состоящих из изометрических кристаллов Si_3N_4 составляет не более 170 МПа.

4. Достоверность полученных результатов.

Достоверность полученных в диссертационной работе результатов подтверждается проведением большого объема экспериментальных работ и применением современных методов исследования. Все исследования выполнены с использованием современного отечественного и зарубежного аналитического и технологического оборудования. Все это дает основание считать выводы диссертационной работы обоснованными и достоверными.

5. Практическая значимость работы.

Получены керамические композиты из порошков твердых растворов $\text{Mo}_{1-x}\text{W}_x\text{Si}_2$, синтезированных СВС-методом, имеющие предел прочности при изгибе на 15 % выше, чем предел прочности композитов из порошков полученных синтезом в твёрдой фазе.

Предложен способ модифицирования керамики в системе $\text{MoSi}_2\text{-WSi}_2$ оксидом алюминия при введении его в состав композита через промежуточное металлогорганическое соединение.

Получены образцы керамики из MoSi_2 и $\text{MoSi}_2\text{-WSi}_2$ с 5 мас.% Al_2O_3 , характеризующиеся равномерным распределением оксида алюминия по объёму материала, пределом прочности при изгибе до 250 МПа и высокой стойкостью к окислению в интервале температур от 500° до 750°C.

Получены керамические материалы в системе $\text{MoSi}_2\text{-Si}_3\text{N}_4$ содержащие 1; 2,5 и 5 мас.% Si_3N_4 , имеющие предел прочности при изгибе до 400 МПа.

6. Замечания по диссертационной работе

1. В работе приведён только один график, показывающий изменение удельного сопротивление от температуры, считаю, что для материалов, которые в перспективе могут быть использованы для изготовления нагревательных элементов эта информация очень важна и желательно было провести больше исследований в этом направлении.

2. В работе приводятся численные значения предела прочности при изгибе полученных керамических материалов только при комнатной температуре. Так как планируется применение созданных материалов для изготовления нагревателей желательно было бы провести исследования по влиянию температуры на предел прочности керамического материала при изгибе.

4. В работе отсутствуют такие характеристики исходных материалов как ГОСТ, ТУ, фирма изготовитель.

5. Нигде в диссертационной работе не указано, что измерения свойств разработанных керамических материалов производили по соответствующим ГОСТам. Это затрудняет сравнение результатов полученных автором с результатами, полученными до него другими авторами, т.к. они могут быть получены по различным методикам.

6. В работе отсутствует информация о статистической обработке полученных результатов исследований. Отсутствие таких данных затрудняет сравнение и интерпретацию полученных результатов.

7. Заключение

Отмеченные замечания не снижают высокого научного и технологического уровня работы. В целом можно заключить, что диссертационная работа Титова Д.Д. является законченной научно-исследовательской работой, в которой в результате комплексных исследований физико-химических процессов

Учитывая новизну и актуальность проведенных исследований, теоретическую и практическую значимость результатов, считаю, что диссертационная работа Д.Д. Титова на тему «Влияние дисилицида вольфрама и модифицирующих добавок на свойства керамики на основе MoSi_2 » по своему объему, теоретическому и практическому уровню, новизне, достоверности и важности полученных результатов соответствует паспорту специальности ВАК «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» и требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842. Она, несомненно, может быть оценена как научно-квалификационная работа, в

которой содержится решение задачи, имеющей существенное значение для науки, а также изложены научно обоснованные технические решения и разработки, имеющие существенное значение для развития страны.

Автор диссертационной работы, Титов Дмитрий Дмитриевич, безусловно, заслуживает присвоения ему искомой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Зам. Генерального директора по науке,
ЗАО «Бакор» (научно-технический
центр специальной керамики), к.т.н.,
специальность 05.17.11 – химическая
технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов,
Лауреат Государственной премии РФ
в области науки и техники,
Лауреат Премии им. А.Н. Косыгина

Тарасовский В.П.

Подпись к.т.н. Тарасовского В.П.
заверяю, начальник отдела кадров

Губина О.В



ЗАО «БАКОР» 142171, Московская область, город Щербинка, ул.Южная, 17
Тел.: 8-(495)-502-78-17
Email: tarasvp@mail.ru