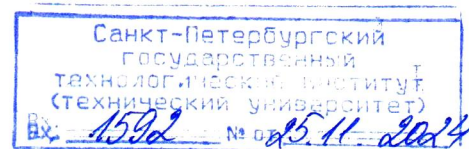


ОТЗЫВ



официального оппонента, доктора технических наук Разумова Николая Геннадьевича о диссертационной работе Овсиенко Алексея Игоревича на тему «Ударопрочная керамика на основе карбидов бора и кремния», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

1. Актуальность избранной темы

Современное высокотехнологичное и наукоемкое машиностроение требует производства качественных изделий с высоким уровнем функциональных и физико-механических свойств (прочность, твердость, стабильность состава при высоких температурах эксплуатации). Отечественное производство таких видов изделий в современных условиях позволяет нашей стране получить технологическую независимость и реализовать в полном объеме процесс импортозамещения. Карбиды кремния и бора обладают рядом свойств, полезных для производства подобных материалов и изделий из них, однако, их дальнейшее совершенствование лежит в плоскости объединения в многокомпонентные композиционные материалы, создаваемые по керамическим технологиям. Решение подобных задач требует знания и учета свойств индивидуальных соединений, их химической и термодинамической совместимости, учета диаграмм состояния (при отсутствии подобной информации - проведения соответствующих научно-исследовательских работ). Важнейшую роль здесь выполняет разработка научно-обоснованной технологии керамических композиционных материалов, отработка основных параметров синтеза, формования и спекания, что позволяет получить высокотехнологичные функциональные материалы для работы в различных условиях. С этой точки зрения выбранное автором научно-технологическое направление исследований **является актуальным** и имеет большое значение для развития материаловедения в России. Важно и то, что работа выполнялась в рамках по проекту госзадания № 0089-2014-0016, Программы Президиума РАН «Конденсированное вещество и плазма при высоких плотностях энергии» в рамках научного направления «Быстрые физико-химические превращения и разрушение твердых тел и жидкостей». Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 17- 03-00863-А.

2. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Защищаемые научные положения основываются на общепринятых положениях физики, химии и материаловедения. Они в достаточной степени обоснованы и не противоречат современному опыту керамической технологии. Результаты работы опубликованы в рецензируемых научных журналах, в том числе в индексируемых в международных базах данных, а также докладывались и обсуждались на всероссийских и международных научных конференциях. Последовательно выполнен анализ существующих проблем, разработаны методики определения ряда технологических параметров с использованием аналитических и численных методов, проведен большой объем экспериментальной работы. Это говорит о системном подходе к решению поставленной задачи, а также о высокой значимости и обоснованности выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

3. Достоверность результатов работы

При выполнении исследований использовались стандартные методики и аттестованное оборудование инжинирингового центра СПбГТИ(ТУ) и сертифицированных методик и оборудования ООО «Вириал». Работа выполнена с применением современных методов физико-химического анализа – микрорентгеноспектрального, рентгенофазового, электронно-микроскопического, спектроскопического и др. Обработка результатов экспериментов проводилась в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Для определения комплекса физико-механических свойств использовали методики по ГОСТ.

Достоверность полученных результатов подтверждается согласованностью результатов проведенных экспериментальных исследований, соответствием теоретических обоснований и многочисленных экспериментальных данных, обработкой их методами математической статистики. Выводы, полученные в работе, хорошо согласуются с результатами, приводимыми в научно-технической литературе.

4. Новизна научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Диссертационная работа реализует комплексный подход к изучению взаимодействия компонентов в системе $B_4C-SiC-Si$, экспериментальную проверку теоретических разработок и создание высокотехнологичных материалов методом реакционного спекания для различных областей применения.

В работе установлено влияние технологических факторов (температура силицирования, дисперсный состав исходной шихты, добавки нанодисперсного технического углерода, карбида бора) на подавление реакции между карбидом бора и

расплавом кремния, позволяющее улучшить структуру и комплекс физико-механических свойств полученных материалов, оптимизировать их броневую стойкость.

На основе изучения воздействия быстрых нейтронов на образцы реакционноспеченного карбида бора и деградацию их механических свойств продемонстрировано их преимущество благодаря низкой плотности и эффективному поглощению как быстрых, так и медленных нейтронов. Научная новизна весомо подтверждается получением патента Российской Федерации № 2621241 «Наноструктурированный композиционный материал на основе карбида бора и способ его получения».

5. Практическая значимость диссертационной работы

Автором работы рассмотрен ряд проблем, возникающих при синтезе материалов из тугоплавких соединений и получении плотных спекшихся керамических композиционных материалов, приведены пути решения практических задач, возникающих на разных технологических этапах – от подготовки порошков до выбора научно обоснованных параметров спекания готовых материалов.

Предложенные автором диссертационного исследования материалы на основе карбидов кремния и бора характеризуются высоким уровнем комплекса физико-механических свойств, что позволяет рекомендовать их для изготовления деталей, работающих в сложных эксплуатационных условиях динамических нагрузок.

При баллистических испытаниях композиционных керамических материалов в изученной системе они показали отличные перспективы при использовании в качестве элементов бронеструктуры. На основе разработанных параметров технологии подготовлена технологическая документация и налажен выпуск изделий с перспективой производительности до 100 тонн в год.

6. Общая характеристика работы

Диссертация содержит в необходимом объеме все разделы научной работы: введение, аналитический обзор литературы, главу, посвященную характеристикам исходных материалов, методам исследования и определения свойств материалов; результаты экспериментальных исследований, заключение.

Автореферат полностью отражает содержание диссертационной работы.

Первая глава посвящена обобщению литературных данных о методах получения, строении и свойствах изучаемых систем, современные представления о совместимости и диаграммам состояния граничных бинарных и трехкомпонентных системах, методах получения и физико-механических свойствах композиционных керамических материалах на их основе.

Во второй главе описаны исходные вещества и материалы, использованные в работе, изложены основные методы проведения эксперимента; методы исследований и испытаний полученных в работе композиционных материалов.

В третьей главе описано исследование по получению материалов на основе карбида кремния и их свойств.

Отмечается, что одним из основных достоинств реакционноспеченной керамики на основе карбида кремния (РКК) является, помимо высокой твердости и прочности на сжатие, существенно меньшая плотность на единицу площади по сравнению с металлической броней из специальных видов стали, благодаря чему экономия веса бронезащиты может достигать 50 % и более. Кроме того, метод реакционного спекания позволяет производить крупноформатные и сложные по форме изделия, что значительно расширяет его номенклатуру.

Показано, что повысить прочность и трещиностойкость карбидкремниевое материала возможно за счет предварительной очистки исходного порошка карбида кремния от примесей углерода, введения в него компонентов, ингибирующих рекристаллизацию зерен SiC и затрудняющих развитие линейных трещин, приводящих к хрупкому разрушению.

Баллистические испытания промышленно выпускаемых и опытных составов из РКК проведены по двум методикам, описанным в главе 2 и показали удовлетворительные результаты, что стало основанием внедрения технологии на производственной базе ООО «Вириал» по разработанному с участием автора ТУ 1915-025-23042805-2012.

В четвертой главе приведены результаты по синтезу и исследованиям структуры, морфологии, физико-механических и трибологических свойств керамоматричных композиционных материалов на основе реакционноспеченного карбида бора (РКБ).

Автором изучено влияние состава и дисперсности исходной шихты на структуру и свойства полученного реакционноспеченного карбида бора, даны комментарии по фазовому составу и причине образования гетерофазного состава –

исходный B_4C , твердый раствор $B_{12}(C, Si, B)_3$, β -SiC и остаточный Si. Установлено, что использование в составе исходной смеси источника углерода с развитой удельной поверхностью, введение в расплав Si 5 % B_4C , а также низкая температура реакционного спекания позволяют сохранить в структуре конечного материала исходные мелкозернистые частицы B_4C и получить частицы β -SiC в виде наноразмерных кристаллов, армирующих кремниевую матрицу, позволяя получить достаточно высокий уровень физико-механических характеристик.

Исследование эволюции ударных волн в горячепрессованных керамиках B_4C и SiC, имитирующих условия, сопряженные с интенсивным ударным воздействием микросекундной длительности (что, фактически, и происходит при разрушении броневой защиты) выявила различие в реагировании на нагрузку для разных видов керамики с точки зрения релаксации механических напряжений.

Проведена оценочная работа по применению карбида бора в качестве поглотителя для стержней системы управления и защиты в реакторах на быстрых нейтронах, учитывая его способность активно захватывать нейтроны, удовлетворительную радиационную стойкость, техническую доступность. По результатам испытаний сделан вывод об удовлетворении спеченной керамики из карбида бора всем требованиям реакторной защиты, согласована спецификация на изготовление данной керамики и начато её серийное производство на ООО «Вириал».

В пятой главе приведены результаты по синтезу и процессу фазообразования в системе B_4C -SiC-Si(Al), являющейся научно-практической основой спекания композиционных керамических материалов на основе карбидов кремния и бора. Свойства кристаллических фаз и анализ фазовых равновесий в данной системе является необходимым условием для рационального планирования и проектирования свойств, структуры и состава реакционноспеченных композитов B_4C/Si и B_4C -SiC/Si. Так, например, в зависимости от фазового состава и структуры реакционноспеченного B_4C можно в определенных пределах регулировать его важнейшие характеристики: твердость, трещиностойкость, предел прочности, модуль упругости, подверженность гидролизу на воздухе, стойкость к окислению при высоких температурах.

Все вышеизложенное позволяет заключить, что полученные научные результаты, **выводы и рекомендации** обладают новизной, а выполненная работа представляет научный интерес и имеет существенное практическое значение.

Выводы, сформулированные соискателем на основе экспериментальных данных, существенным образом отражают значимость работы для практики производства эффективной технической керамики.

7. Замечания по диссертационной работе

1. В главе 3 представлены результаты исследований спеченных образцов опытных составов из SiC-керамики, но не приведены характеристики использованных материалов, отсутствует описание технологических процессов. В связи с этим, не ясно на каком основании на стр. 80 сделан вывод: «Не выявлено влияние размера и формы частиц исходного SiC на баллистические свойства бронезащиты».

2. Автор в качестве недостатка отечественных порошков карбида кремния приводит загрязненность его углеродом, при этом далее (стр. 77) указывается, что «во все исходные составы добавлялся сажевый пигмент», т.е. вводился тот самый углерод. Уточните, как проводилась очистка отечественных порошков карбида кремния от примеси углерода?

3. На рисунке 47 приведен график зависимости изменения значения твердости (сопротивления внедрению) при увеличении нагрузки индентирования для керамик на основе реакционноспеченного карбида бора и горячепрессованного карбида бора. Из представленных результатов следует, что у горячепрессованного карбида бора с увеличением нагрузки индентирования от 5 до 100 кг наблюдается падение величины сопротивления внедрению практически в 2 раза, а у реакционноспеченного карбида бора практически не изменяется. Данный эффект объяснен нестехиометричностью карбида бора, как фазы переменного состава. А в следующем разделе указывается, что «в качестве метода получения образцов был выбран метод горячего прессования, который в отличие от метода реакционного спекания позволяет получать однофазные материалы». Не совсем ясно объяснение данного эффекта.

4. Из данных таблицы 20 (баллистические испытания бронезащитных элементов из РКБ) не ясно, на каком уровне находятся полученные результаты с материалами других производителей.

5. Правомерно ли сравнивать поведение керамики из карбидов бора и кремния при анализе эволюции ударных волн, если способ нагружения разный (для карбида бора – ударом алюминиевой пластины, для карбида кремния – нагружались алюминиевым ударником)?

8. Заключение

Диссертация и автореферат оформлены в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.11-2011, автореферат диссертации и опубликованные работы полностью раскрывают содержание диссертации, которая написана хорошим научным языком, логически выстроена, имеет достаточное количество иллюстраций. Основные

положения диссертации полностью представлены в 41 научной работе автора, в том числе 12 научных статей, из них 3 статьи в научных изданиях, индексируемых в международных базах данных (Web of Science, Scopus) и 2 статьи в рецензируемых журналах по списку ВАК РФ, 27 тезисов докладов на международных и всероссийских конференциях, 1 патент РФ, 1 учебное пособие. Выводы по результатам исследований обоснованы и логически следуют из содержания работы.

Диссертационное исследование Овсиенко Алексея Игоревича является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании самостоятельно выполненных автором исследований представлено решение актуальной задачи получения керамических композиционных материалов различного функционального применения, что имеет большое значение для обороноспособности страны. Диссертационная работа соответствует критериям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842), предъявляемых к работам, представленным на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Овсиенко Алексей Игоревич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент:

Доктор технических наук (2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы), доцент, профессор Научно-образовательного центра «Конструкционные и функциональные материалы», федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Разумов Николай Геннадьевич

Адрес: 195251, Россия, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29

Сайт: <https://www.spbstu.ru>

e-mail: n.razumov@onti.spbstu.ru

Тел.: +7 (812) 552-66-23

