

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО

СОВЕТА Д 212.132.05 НА БАЗЕ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования «Национальный исследовательский технологический

университет «МИСиС», Минобрнауки РФ

ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ

КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 23 мая 2018 г. № 147

О присуждении Яцюку Ивану Валерьевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Получение методом СВС перспективных керамических материалов на основе боридов, силицидов циркония и карбида кремния» по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

принята к защите 21 марта 2018 г., протокол № 142

диссертационным советом Д.212.132.05 на базе Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Минобрнауки РФ, 119049, Москва, Ленинский проспект, д. 4, созданным в соответствии с приказом Минобрнауки РФ №717/нк от 09.11.2012.

Соискатель Яцюк Иван Валерьевич 1991 года рождения, в 2014 году окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по профилю «функциональные и наноструктурные материалы»,

с 2014 и по настоящее время (приказ № 1874 ст от 05.08.2014) является аспирантом Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы», работает инженером 1-й категории в Научно-учебном центре СВС МИСиС-ИСМАН.

Диссертация выполнена на кафедре порошковой металлургии и функциональных покрытий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Научный руководитель – Левашов Евгений Александрович, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор Научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН

Официальные оппоненты:

1. Горшков Владимир Алексеевич, доктор технических наук, специальность 01.04.17 – химическая физика, горение, взрыв. Физика экстремальных состояний вещества, 05.16.09 – материаловедение - технические науки, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова» Российской академии наук (ИСМАН), г. Черноголовка, ведущий научный сотрудник лаборатории жидкофазных СВС-процессов и литых материалов;

2. Терентьева Валентина Сергеевна, доктор технических наук, профессор, специальность 05.02.01 – «материаловедение в машиностроении», 05.07.05 – тепловые двигатели летательных аппаратов, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный

исследовательский университет)», г. Москва, профессор кафедры «перспективные материалы и технологии аэрокосмического назначения»;

дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Самарский государственный технический университет» (ФГБОУ ВО «СамГТУ»), г. Самара в своем положительном заключении, подписанном Амосовым Александром Петровичем, доктором физико-математических наук, профессором, заведующим кафедрой «металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» и Пугачевой Татьяной Михайловной, кандидатом технических наук, ученым секретарем той же кафедры указала, что

по объему полученных результатов и научной значимости диссертация Яцюка И.В. соответствует требованиям п.п. 9 и 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Яцюк Иван Валерьевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

В представленной работе достаточно подробно рассмотрены процессы фазо- и структурообразования, протекающие при синтезе материалов в системах ZrB_2 - $ZrSi$ - $ZrSi_2$ и ZrB_2 - SiC , изучены кинетические параметры горения, установлено определяющее влияние жидкофазных процессов химического взаимодействия на кинетику процесса горения элементных реакционных смесей в системах Zr - Si - B -(Al) и Zr - Si - B - C , установлена стадийность химических превращений в волне горения смесей. Полученные закономерности позволяют эффективно управлять структурой и свойствами конечных продуктов и изделий. Определены оптимальные параметры и технологические режимы силового СВС-компактирования, горячего

прессования и искрового плазменного спекания для получения компактной высокотемпературной СВС керамики ZrB_2 - $ZrSi/ZrSi_2$ -($ZrSiAl_2$) и консолидированной СВС+ГП и СВС+ИПС керамики ZrB_2 - SiC - $MoSi_2$, что позволяет расширить границы применимости СВС-технологий в области создания композиционных материалов и покрытий ответственного назначения.

По теме диссертации опубликовано 15 научных работ, в том числе 5 статей в научных периодических журналах, рекомендованных ВАК и входящих в базы данных Scopus и Web of Science, в которых приведены результаты исследований кинетики и механизма горения реакционных смесей в системах Zr - Si - B - Al и Zr - Si - B - C , получения методами силового СВС-компактирования, горячего прессования и искрового плазменного спекания компактных керамических материалов на основе диборида циркония, силицидов циркония и карбида кремния, а также исследований их физико-механических, теплофизических свойств и жаростойкости. Авторский вклад 80%, объем 6 печатных листов.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Яцюк И.В., Погожев Ю.С., Левашов Е.А., Новиков А.В., Кочетов Н.А., Ковалев Д.Ю. Особенности получения и высокотемпературного окисления СВС-керамики на основе борида и силицида циркония. Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2017. № 1. С. 29-41.
2. Яцюк И.В., Потанин А.Ю., Рупасов С.И., Левашов Е.А. Кинетика и механизм высокотемпературного окисления керамических материалов в системе ZrB_2 - SiC - $MoSi_2$. Известия ВУЗов. Цветная металлургия. 2017. № 6. С. 63–69.
3. Yu.S. Pogozhev, I.V. Iatsyuk, A.Yu. Potanin, E.A. Levashov, A.V. Novikov, N.A. Kochetov, D.Yu. Kovalev. The kinetics and mechanism of combusted Zr - B - Si mixtures and structural features of ceramics based on zirconium boride and silicide. *Ceramics International*. 2016. 42. P. 16758-16765.

4. I.V. Iatsyuk, Yu.S. Pogozhev, E.A. Levashov, A.V. Novikov, N.A. Kochetov, D.Yu. Kovalev. Combustion synthesis of high-temperature $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$ ceramics. Journal of the European Ceramic Society. 2018. 38. P. 2792–2801.

На диссертацию и автореферат поступили 15 отзывов, все отзывы положительные. В 10 из них имеются замечания.

В отзывах доктора технических наук Дорофеева В. Ю. и доктора технических наук Гречникова Ф. В. указывается на то, что в автореферате отсутствует рассмотрение влияния примесей в составе исходных порошков на кинетику горения, а также недостаточно обосновано утверждение о стадийности фазовых превращений через жидкую фазу при формировании боридов, силицидов и карбида кремния.

Замечания доктора технических наук Оглезневой С. А., доктора химических наук Голубевой О. Ю., кандидата технических наук Перевислова С. Н. и доктора технических наук Химухина С. Н. касаются отсутствия в автореферате обоснования режимов горячего прессования и искрового плазменного спекания, обсуждения наличия аморфной структуры напыленных магнетронных керамических покрытий, сравнения механических и теплофизических свойств разработанной керамики с аналогами, полученными альтернативными методами, а также не убедительности объяснения уменьшения твердости керамики низкой пластичностью карбида кремния.

Во всех отзывах отмечается, что высказанные замечания не снижают общую положительную оценку выполненной работы и не умаляют ее научную и техническую значимость.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что они являются известными специалистами в области создания и исследования свойств композиционных материалов. **Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

Разработана новая научная идея о возможности повышения гомогенности структуры, плотности и жаростойкости керамики на основе системы Zr-Si-B-(Al)-(C) путем варьирования соотношения компонентов Si и Al в реакционных смесях, образующих легкоплавкие эвтектики Zr-Si, Zr-Al и Al-Si, позволившая выявить качественно новые закономерности структуро- и фазообразования в процессе ее получения;

предложена оригинальная научная гипотеза о механизме образования боридов, силицидов циркония и карбида кремния при химическом взаимодействии компонентов смесей Zr-Si-B-(Al) и Zr-Si-B-C в процессе СВС, заключающаяся в том, что определяющую роль в их образовании играют химические реакции, протекающие в жидкой фазе;

доказана перспективность использования комбинированной технологии получения компактной керамики ZrB_2 -ZrSi/ZrSi₂-(ZrSiAl₂) и ZrB_2 -SiC-MoSi₂ с минимальной остаточной пористостью и высокими физико-механическими свойствами методами силового СВС-компактирования, горячего прессования и искрового плазменного спекания (СВС+ГП и СВС+ИПС).

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны положения об эффективности использования СВС-технологий для получения конструкционной керамики составов ZrB_2 -ZrSi/ZrSi₂-(ZrSiAl₂) и ZrB_2 -SiC-MoSi₂, в том числе мишеней-катодов, и высокодисперсного гетерофазного порошкового полуфабриката для последующей консолидации методами ГП и ИПС, что позволяет расширить границы их применимости в области создания компактных материалов и покрытий ответственного назначения.

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих базовых методов исследования фазового и химического состава, а также свойств разрабатываемых материалов, в том числе оптическая и сканирующая электронная микроскопия, рентгеноструктурный фазовый анализ, динамический

рентгенофазовый анализ, методики определения плотности и пористости, твёрдости и модуля упругости с помощью измерительного индентирования, метод лазерной вспышки для определения температуропроводности, dilatометрический метод измерения температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР), методики исследования состава покрытий (ОЭСТР, ИК-спектроскопия), определение стойкости к окислению термогравиметрическим методом;

изложены доказательства повышения однородности распределения структурных составляющих керамики ZrB_2 -SiC и измельчения фазы SiC при приготовлении реакционных смесей Zr-Si-B-C с предварительным механическим активированием смеси Si+C и последующим домешиванием порошков Zr и B, а также жаростойкости за счет образования на поверхности в процессе высокотемпературного (свыше 2000 °C) окисления материала последовательно расположенных оксидных пленок ZrO_2 - $ZrSiO_4$, SiO_2 - B_2O_3 , ZrO_2 - SiO_2 , обладающих эффектом самозалечивания путем заполнения трещин боросиликатной окалиной.

изучены причинно-следственные связи между соотношением фаз ZrB_2 и SiC и теплопроводностью керамики ZrB_2 -SiC- $MoSi_2$, проявляющиеся в том, что с увеличением доли карбида кремния (SiC) наблюдается рост коэффициента теплопроводности, что способствует быстрому отводу тепла из зоны контакта с высокоэнтальпийным потоком окислительного газа.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

определены оптимальные параметры процесса силового СВС-компактирования, горячего прессования и искрового плазменного спекания для получения компактной керамики, в том числе мишеней-катодов состава ZrB_2 -ZrSi/ZrSi₂(ZrSiAl₂) и консолидированной керамики ZrB_2 -SiC. Установлено, что лучшими свойствами (остаточная пористость, твердость, модуль упругости и упругое восстановление, теплопроводность, температурные коэффициенты линейного расширения, стойкость к

высокотемпературному окислению) обладают керамические материалы ZrB_2 - SiC , а также с добавкой 5% $MoSi_2$.

разработаны

технологическая инструкция ТИ 45-11301236-2018 «Производство дисковых керамических мишеней-катодов на основе борида и силицида циркония для ионно-плазменного осаждения многокомпонентных высокотемпературных покрытий»;

технологическая инструкция ТИ 46-11301236-2018 «Производство гетерофазного порошкового полуфабриката на основе борида и силицида циркония методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза»;

технические условия ТУ 1984-023-11301236-2016 «Мишени функционально-градиентные композиционные СВС-П» (зарегистрированы во ФГУП «Стандартинформ»).

На ООО «НПО «Металл» осуществлена опытно-промышленная проверка СВС-технологии получения дисковых мишеней-катодов на основе борида и силицида циркония для магнетронного напыления многокомпонентных высокотемпературных покрытий.

В ОАО «Композит» проведены газодинамические испытания компактной керамики на основе ZrB_2 - $ZrSi_2$ и ZrB_2 - SiC по определению окислительной стойкости к воздействию высокоэнтальпийного газового потока, на основании которых сделано заключение о возможности ее использования для изготовления элементов конструкций техники специального назначения, работающих в условиях непродолжительных тепловых нагрузок или эксплуатируемых одноразово.

зарегистрировано в депозитарии ноу-хау Отдела защиты интеллектуальной собственности НИТУ «МИСиС»: «Состав и способ получения гетерофазного порошкового полуфабриката на основе боридов и силицидов циркония и молибдена для технологии шликерного осаждения

высокотемпературных защитных покрытий» (№ 38-164-2017 ОИС от «27» декабря 2017 г.).

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ –

получена воспроизводимость результатов исследований в различных условиях за счет использования современного сертифицированного оборудования с применением аттестованных методик, которые согласуются с данными других исследователей, при создании керамических материалов на основе аналогичных систем;

теория построена на проверяемых фактах и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертационной работы;

идея базируется на анализе практики и обобщении опыта передовых зарубежных и российских исследований в области получения керамических порошков и компактной керамики в том числе мишеней-катодов для магнетронного распыления, по технологиям силового СВЧ-компактирования, горячего прессования, искрового плазменного спекания,

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации, представительные выборочные совокупности экспериментальных данных.

Личный вклад соискателя заключается в обосновании задач исследования, планировании и проведении лабораторных испытаний, выполнении расчетов, обсуждении и интерпретации полученных результатов, формулировании выводов совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

На заседании 23.05.2018 диссертационный совет принял решение присудить Яцюку Ивану Валерьевичу ученую степень кандидата технических наук, так как диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного

Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, и по своему содержанию соответствует паспорту специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы. В работе на основании изучения кинетики горения смесей, предложенного механизма образования боридов, силицидов циркония и карбида кремния при химическом взаимодействии компонентов смесей Zr-Si-B-(Al) и Zr-Si-B-C в процессе CBC, установленных закономерностей процессов фазо- и структурообразования, протекающих при синтезе материалов в системах ZrB_2 -ZrSi-ZrSi₂ и ZrB_2 -SiC определены оптимальные параметры и технологические режимы силового CBC-компактирования, горячего прессования и искрового плазменного спекания для получения компактной высокотемпературной CBC керамики ZrB_2 -ZrSi/ZrSi₂-(ZrSiAl₂) Совокупность полученных результатов исследований можно квалифицировать как важное научное и техническое достижение в развитии материаловедения жаростойких композиционных материалов, а также как новое технологическое решение, имеющее существенное значение для развития отечественной аэрокосмической техники.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 9 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 28 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: «за» - 20, «против» - нет, «недействительных» - нет.

Заместитель председателя
диссертационного совета



В.П. Тарасов

Ученый секретарь
диссертационного совета

Т.А. Лобова

Протокол № 147 от 23 мая 2018 г.
заседания диссертационного совета Д212.132.05

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 28 человек.

Присутствуют на заседании 20 человек.

Председатель: докт. техн. наук, профессор Левашов Евгений Александрович

Поручение докт. техн. наук Тарасову Вадиму Петровичу вести заседание диссертационного совета по защите диссертации Яцюком Иваном Валерьевичем в качестве председателя, поскольку Левашов Е. А. является научным руководителем соискателя

Присутствуют: докт. техн. наук Левашов Е. А. (05.16.06); докт. техн. наук Тарасов В.П. (05.16.02); докт. техн. наук Лобова Т. А. (05.16.06); докт. техн. наук Блинков И.В. (05.16.06); докт. техн. наук Богатырева Е.В. (05.16.02); докт. техн. наук Бочаров В.А. (25.00.13); докт. техн. наук Брюквин В. А. (05.16.02); докт. техн. наук Горячев Б.Е. (25.00.13); докт. техн. наук Еремеева Ж.В. (05.16.06); докт. техн. наук Игнаткина В. А. (25.00.13); докт. техн. наук Левина В.В. (05.16.06); докт. техн. наук Матвеева Т.Н. (25.00.13); докт. техн. наук Ножкина А.В. (05.16.06); докт. техн. наук Павлов А.В. (05.16.02); докт. техн. наук Панов В.С. (05.16.06); докт. техн. наук Парецкий В.М. (05.16.02); докт. техн. наук Чантурия Е.Л. (25.00.13); докт. хим. наук Чижевская С.В. (05.16.02); докт. техн. наук Шляпин С.Д. (05.16.06); докт. физ.-мат. наук Штанский Д.В. (05.16.06)

Кворум имеется, по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы» присутствуют 9 членов совета.

На повестке дня защита диссертации **Яцюком Иваном Валерьевичем** на тему «Получение методом СВС перспективных керамических материалов на основе боридов, силицидов циркония и карбида кремния», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

Научный руководитель:

Левашов Евгений Александрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН

Официальные оппоненты:

Горшков Владимир Алексеевич – доктор технических наук (01.04.17 – химическая физика, горение, взрыв. Физика экстремальных состояний вещества, 05.16.09 – материаловедение - технические науки), Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А. Г. Мержанова», Российской академии наук (ИСМАН РАН), г. Черноголовка,

ведущий научный сотрудник лаборатории жидкофазных СВС-процессов и литых материалов.

Терентьева Валентина Сергеевна - доктор технических наук, профессор, (05.02.01 - материаловедение в машиностроении, 05.07.05 – тепловые двигатели летательных аппаратов), Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ), г. Москва, профессор кафедры «Перспективные материалы и технологии аэрокосмического назначения» присутствуют

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Самарский государственный технический университет» (ФГБОУ ВО «СамГТУ»), г. Самара – отзыв имеется

1. Слушали:

- доклад Яцюка Ивана Валерьевича об основных положениях диссертации;
- вопросы соискателю и его ответы;
- выступление научного руководителя соискателя;
- ученый секретарь оглашает заключение организации, где выполнялась диссертационная работа, отзыв ведущей организации, а также отзывы, поступившие в диссертационный совет на диссертацию и автореферат;
- ответы соискателя на замечания, содержащиеся в заключении и отзывах;
- выступление официальных оппонентов;
- ответы соискателя на замечания оппонентов;
- выступления присутствующих на защите диссертации в общей дискуссии по рассматриваемой работе: докт. техн. наук Левина В.В., докт. техн. наук Еремеева Ж.В., докт. техн. наук Тарасов В.П.
- заключительное слово соискателя.

2. Для проведения тайного голосования избрана счетная комиссия в составе: председатель - докт. техн. наук Парецкий В.М., члены комиссии - докт. техн. наук Игнаткина В.А., докт. техн. наук Левина В.В.

В тайном голосовании приняли участие 20 членов совета. «За» проголосовали 20, «против» - нет, «недействительных» - нет.

На основании результатов тайного голосования членов совета Яцюку Ивану Валерьевичу присуждена ученая степень кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы», т.к. диссертационная работа отвечает требованиям п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней (Постановление Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842)

3. Рассмотрение и принятие открытым голосованием заключения диссертационного совета по диссертации Яцюка Ивана Валерьевича. Заключение совета принято единогласно.

Заместитель председателя
диссертационного совета
Ученый секретарь
диссертационного совета



В.П.Тарасов

Т.А. Лобова