

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Волченко Евгения Игоревича
«Получение порошков нитридов железа в условиях термического сопряжения с СВС-реакцией», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.17 – Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества

Актуальность темы диссертации

Нитриды железа традиционно используются для повышения поверхностной твердости и коррозионной стойкости изделий, однако исследования последних лет показали перспективы применения нитридов железа в микроэлектронике и энергетике, благодаря уникальным магнитным характеристикам и высокой намагниченности насыщения, сопоставимых со свойствами соединений редкоземельных металлов. Однако, технологии получения данных материалов не всегда приводят к заданному результату, обусловленному низкой теплотой взаимодействия железа с азотом и ограниченной термической стабильностью нитридных фаз. Кроме того, многие из известных методов получения нитридов трудоемки, как химические, или достаточно дороги, как плазмохимические.

Диссертационная работа Волченко Евгения Игоревича «Получение порошков нитридов железа в условиях термического сопряжения с СВС-реакцией» посвящена разработке способа одностадийного получения порошков нитридов железа и установлению физико-химических закономерностей формирования их фазового состава и структуры в системе Fe–N–C–O. Обладающий высокой производительностью и невысокой себестоимостью производства метод СВС позволяет успешно получать порошки нитридной керамики, поэтому исследования, выполненные в представленной диссертации, актуальны, а методы решения поставленных задач целесообразны.

Автор обоснованно рассматривает термическое сопряжение с СВС-реакцией как способ компенсации недостаточного теплового эффекта системы Fe–N. В работе показано, что применение тепловыделяющей смеси позволяет успешно реализовать процесс азотирования железа с использованием органической азотсодержащей добавки.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих результатов и выводов, списка литературы и приложения. Работа изложена на 145 страницах, содержит 49 рисунков, 18 таблиц и список литературы из 184 наименований. Основные результаты работы опубликованы в 13 печатных работах, в том числе в 6 статьях в рецензируемых научных журналах,

входящих в Перечень ВАК и базы данных Web of Science и Scopus, а также получено ноу-хау.

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций

Диссертантом проанализированы основные параметры физико-химического взаимодействия компонентов при СВС процессе, изучены закономерности формирования структуры и свойств порошков нитридов железа, полученных различными методами, отраженные в современной научно-технической литературе. Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы не вызывает сомнений, так как они базируются на фундаментальных представлениях физики и химии твердого тела, базовых положениях материаловедения о фазовых превращениях и механизмах формирования структуры.

Достоверность и новизна результатов

Достоверность результатов обеспечена использованием современного исследовательского оборудования, сочетанием различных взаимодополняющих методик эксперимента и исследования, применяемых при получении и анализе научной информации. Автор использовал рентгенофазовый и химический анализы, сканирующую и просвечивающую электронную микроскопию, ЭДС-анализ и методы исследования магнитных свойств. Сопоставление результатов, полученных различными методами, позволило обоснованно установить фазовый и элементный состав продуктов, особенности их микроструктуры и закономерности изменения свойств. Полученные автором результаты не противоречат опубликованным результатам других исследователей, а также воспроизводятся при изменении масштабов образцов.

Соискателем на основании изучения литературных источников и полученных экспериментальных данных установлены новые закономерности.

Особо ценным фундаментальным научным результатом является предложенная автором модель формирования частиц со структурой «ядро–оболочка». Согласно этой модели, поликристаллическое ядро, содержащее α -Fe и γ' -Fe₄N, окружено нанокристаллической или аморфной оболочкой, а формирование фаз системы Fe–N–C происходит преимущественно в области границы раздела «ядро–оболочка». Данные ПЭМ и ЭДС действительно свидетельствуют о существенном отличии структуры ядра и оболочки и наличии области повышенной концентрации мелкодисперсных образований на их границе.

Существенным научным результатом работы с выходом на практическое использование следует считать разработку и

экспериментальную реализацию одностадийного синтеза нитридов железа в условиях термического сопряжения с СВС-реакцией. Показано, что использование тепловыделяющей смеси Ti+C совместно с карбонильным железом и мочевиной позволяет получить продукты с суммарным содержанием нитридов железа более 80 мас. %. Основной фазой является ϵ -Fe₃N_x с параметром «х» в диапазоне 0,88–1,23.

Интерес представляют результаты исследования температурного режима процесса азотирования. Автором впервые для рассматриваемой системы получены температурные профили, позволившие связать особенности максимальной температуры азотирования с эндотермическим разложением мочевины. При увеличении ее содержания с 15 до 30 мас. % максимальная температура в центральной части образца снижается с 650 до 460 °С.

Важным результатом является установление влияния содержания мочевины на фазовый состав и параметры кристаллической решетки ϵ -Fe₃N_x, а также экспериментальное обоснование возможности формирования карбонитридной фазы ϵ -Fe₃N_{1-x}C_x.

Основные положения диссертации нашли отражение в многочисленных публикациях автора в ведущих российских и зарубежных научно-технических изданиях, в том числе, рекомендованных ВАК РФ и входящих в Международные базы цитирования, а также были доложены на российских и международных научно-технических конференциях.

Значимость результатов для науки и практики

Автором выполнен большой комплекс экспериментальных исследований на основе всестороннего исследования процесса получения порошков нитридов железа при методом СВС, результаты которого имеют практическое значение.

Практическая значимость работы заключается прежде всего в определении условий, обеспечивающих высокий выход нитридов железа. Для порошка карбонильного железа установлены оптимальные параметры процесса: размер частиц не более 10 мкм, содержание мочевины 15–30 мас. %, начальное давление азота 3 МПа, тепловыделяющая смесь Ti+C и ее массовое соотношение с реакционной смесью 1,5:1.

Новыми практически значимыми являются результаты исследования термической стабильности и магнитных свойств полученных порошков. Установлено, что при 350 °С в течение 30 мин ϵ -Fe₃N_x остается преобладающей фазой, тогда как при 400 °С происходит интенсивное окисление и снижение содержания нитридов. Полученные порошки обладают ферромагнитными свойствами, удельная намагниченность насыщения составляет 142–165 эме/г, а коэрцитивная сила достигает 125 Э.

Полученные порошки характеризуются преимущественным содержанием $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}_x$, а также специфической структурой частиц типа «ядро–оболочка». Разработанный подход имеет перспективу дальнейшего развития в качестве быстрого способа получения функциональных порошковых материалов на основе нитридов железа (ноу-хау № 2-2025 от 10.11.2025 г. «Азотирование порошка железа с использованием тепловыделяющих составов»).

Замечания

1. Известно, что механоактивация порошков железа даже с газообразным азотом приводит к значительному увеличению площади фронта реакции и существенному накоплению азота в смеси, который при последующем нагреве образует нитриды. В связи с этим было бы целесообразно провести исследования механоактивации в большем объеме для повышения эффективности процесса получения нитридов и возможного использования менее дорогих, чем карбонильные, порошков железа.

2. Для практического использования полученных порошков автору необходимо было бы исследовать также их технологические свойства.

3. Автору было бы целесообразно провести расчеты теплового баланса для уточнения механизмов азотирования и выявления факторов, влияющих на температуру азотирования при разных концентрациях и видах азотсодержащих соединений, который позволил бы найти, возможно, более эффективные добавки.

4. Продукты азотирования железа представляют собой пористые спеки, судя по приведенным фотографиям. В диссертации не говорится о том, каким образом из спеков готовили порошки (или агломераты порошков) для исследований, изучалось ли влияние размеров агломератов на свойства полученных продуктов, и также из текста диссертации не совсем ясна методика измерения магнитных свойств порошков нитридов на образцах с различными диаметрами.

Замечания имеют рекомендательный характер и не снижают научной и практической значимости диссертационной работы.

Заключение

Диссертационная работа Волченко Евгения Игоревича представляет собой законченное научное исследование, в котором решена актуальная научно-техническая задача разработки способа одностадийного получения порошков нитридов железа в условиях термического сопряжения с СВС-реакцией.

Автором установлен комплекс закономерностей влияния состава исходной шихты и параметров процесса на температурный режим, фазовый и

элементный состав, структуру и свойства получаемых материалов. Определены оптимальные условия синтеза, обеспечивающие выход нитридов железа более 80 мас. %, предложена модель механизма формирования частиц со структурой «ядро–оболочка», исследованы термическая стабильность и магнитные свойства продуктов.

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», в частности направлениям, связанным с исследованием поведения веществ и структурно-фазовых переходов в экстремальных условиях, экспериментальным исследованием химической динамики и процессами, аналогичными горению.

Считаю, что диссертация Волченко Евгения Игоревича «Получение порошков нитридов железа в условиях термического сопряжения с СВС-реакцией» соответствует требованиям, предъявляемым ВАК при Министерстве науки и высшего образования РФ к кандидатским диссертациям в соответствии с п.п. 9–14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г. (в последней редакции), а ее автор, Волченко Евгений Игоревич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.17 – Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

Официальный оппонент

Оглезнева Светлана Аркадьевна,

доктор технических наук, профессор, профессор кафедры
«Механика композиционных материалов и конструкций»,
директор Научного центра порошкового материаловедения



Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Пермский национальный исследовательский
политехнический университет», 614990, Пермский край, г. Пермь,
Комсомольский проспект, д.29,
e-mail: ogleznevasa@pstu.ru, телефон: +7 (342) 239-11-19

Подпись С.А. Оглезневой заверяю
Ученый секретарь Ученого совета
ФГАОУ ВО ПНИПУ,
кандидат исторических наук, доцент
09.09.2026 г.



В.И. Макаревич