

Отзыв

на автореферат диссертации Загоржевского Владимира Вячеславовича «РАЗРАБОТКА СВС-ТЕХНОЛОГИЙ ПОРОШКОВ НИТРИДОВ Al, Si, Zr, Ti И КОМПОЗИЦИЙ НА ИХ ОСНОВЕ», представленной на соискание учёной степени доктора технических наук по специальности 1.3.17 - Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

Диссертационная работа Загоржевского Владимира Вячеславовича посвящена развитию научных и технологических основ получения порошков нитридов AlN , Si_3N_4 , ZrN , TiN и композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\cdot\text{MgO}$, $\text{AlN}\cdot\text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{AlN-VN-V}_2\text{N}$) методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), экспериментальному изучению закономерностей процессов фильтрационного горения шихт и решению проблем управления морфологией, химическим и фазовым составом, а также разработке СВС технологий порошков нитридов для их производства и практического применения в разных отраслях промышленности.

Актуальность работы связана с решением комплекса научных и прикладных задач по выяснению закономерностей формирования материалов методом СВС, имеющим очевидные преимущества при разработке технологии производства порошков тугоплавких неорганических соединений, в частности нитридов, с целью оптимизации фазового состава и морфологии частиц, создания новых композиций. СВС метод перспективен для развития в России собственной технологической базы получения порошков тугоплавких карбидов, боридов, нитридов, силицидов и др. в целях импортозамещения. СВС технологии экономически целесообразны при малых объемах производства, о чём свидетельствуют созданные автором СВС технологии получения порошков тугоплавких нитридов и композиций на их основе.

Научная новизна заключается в установлении закономерностей процессов СВС при горении шихт на основе Al, Si, Zr, Ti, сплава ВнАл-1 (V_3Al_2) под давлением азота в промышленном реакторе СВС и использовании полученных результатов для разработки СВС технологий получения порошков нитридов. Изучено влияние солевых добавок на механизм структурообразования и фазообразования. Показано, что управление морфологией частиц нитридов кремния и алюминия можно осуществлять за счет введения в состав шихты солевых легкоплавких или газифицирующихся добавок (ГД). Установлено, что газофазный механизм образования частиц нитевидных кристаллов Si_3N_4 в присутствии в составе шихты ГД подавляется при введении легкоплавких солевых добавок благодаря образованию жидкой пленки на поверхности частиц кремния и формируются частицы равноосной формы. Изучено влияние температуры синтеза и содержания примеси кислорода на фазовый состав Si_3N_4 и композиции $\text{Si}_3\text{N}_4\cdot\text{MgO}$. Показано, что температура горения шихты из субмикронных порошков может быть ниже температуры плавления кремния, а процесс азотирования реализуется в диффузионном режиме (объемное тление) и позволяет синтезировать альфа фазу Si_3N_4 без участия солевых добавок. Установлено, что диапазон синтеза $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ значительно снижается с 1800°C (для чистых по кислороду компонентов) при возрастании содержания кислорода в исходной шихте более 2,0 % вследствие $\alpha\rightarrow\beta$ перехода. Предложен механизм синтеза субмикронных частиц AlN согласно которому их образование происходит при горении пленок жидкого алюминия на поверхности частиц разбавителя. Изучено влияние ГД на морфологию частиц и содержание примеси кислорода в AlN и показано, что введение в состав шихты фторида аммония позволяет синтезировать частицы равноосной или игольчатой формы, а 1-2 %масс. NH_4F снижает содержание примеси кислорода в порошке AlN до 0,2-0,3 %масс. Установлены закономерности горения порошков циркония марки ПЦЭ-ЗР и показано, что для предотвращения коалесценции частиц циркония в зоне прогрева, необходимо использовать разбавитель с размером частиц менее 40 мкм; разработана СВС технология порошка нитрида циркония с чистотой 99,5 %масс. Изучено фазообразование при азотировании сплава ВнАл-1 (V_3Al_2). Установлено, что фильтрационные затруднения приводят к многофазному составу продукта синтеза: $\text{AlN-V}_2\text{N}$, $\text{AlN-VN-V}_2\text{N}$, $\text{AlN-VN-V}_2\text{N-V}$, а в их отсутствие происходит полное азотирование до AlN-VN . Показано, что азотирование порошков титана в режиме горения с участием NH_4Cl можно осуществлять при температурах значительно ниже температуры плавления титана и позволяет получать субмикронные порошки нитрида титана.

Практическое значение работы состоит в разработке СВС – технологий и наработке опытных партий ряда нитридов и композиционных материалов (для опытно-промышленных испытаний). Разработаны технические условия Порошок нитрида алюминия СВС. Разработана технология и получены субмикронные порошки нитрида алюминия, композиционного порошка состава $\text{AlN-Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ (ТУ 24.45.30-353-04860509-2019, ТУ 1798-338-04860509-2011). Изготовлены опытные партии порошков нитрида алюминия в количестве до 1500 кг/год. Разработаны технологии получения порошков $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ с волокнистой (ТУ 23.49.12 366-04860509-2021) и равноосной (ТУ 24.45.30-365-04860509-2021) формой частиц, композиционного порошка $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-MgO}$ (ТУ 1798-340-04860509-2013, в том числе ультрадисперсного - технологическая инструкция ТИ 340-2012). Изготовлены опытные партии порошков нитрида кремния в количестве до 130 кг/год. Разработаны методика получения субмикронного порошка нитрида титана и технология СВС нитрида циркония (ТУ 1798-349-04860509-2016, ТИ 348-2015). Получены опытные партии классифицированного порошка нитрида циркония (фракция 40-50 мкм) в количестве 200 кг/год для плазменного нанесения жаростойких покрытий. Разработана СВС технология азотирования сплава ВнАл-1 (V_3Al_2 , ТУ 1761-052-25087982-2011), в ИСМАН организовано производство азотированного сплава до 4000 кг/год. Проведены испытания разработанных порошков и их внедрение в производство на АО «НПП «Исток» им. Шокина» г. Фрязино, ОАО «Плутон» г. Москва, АО «ГНИИХТЭОС» г. Москва, ООО «НТЛ Полисил-М» г. Москва, АО «Институт реакторных материалов» г. Заречный, АО «РКЦ «Прогресс» г. Самара, АО «НПП «Салют» г. Н. Новгород, АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», г. Обнинск, АО «Воткинский завод» г. Воткинск, АО «Уралредмет» г. Верхняя Пышма.

В качестве вопросов и замечаний можно отметить отсутствие в тексте автореферата сведений о методиках определения содержания кислорода в нитридах, отсутствие комментариев о причинах влияния содержания кислорода в шихте на температуру $\alpha \rightarrow \beta$ фазового перехода в нитриде кремния, неудачные формулировки – «Примесь кислорода, растворенная в структуре нитрида алюминия, ...внедрении атомов кислорода в структуру AlN , ..очистка кристаллической решетки AlN от растворенного в ней кислорода» - речь идёт о растворимости кислорода в кристаллических фазах.

В целом, судя по автореферату, диссертационная работа Загоржевского В.В. «РАЗРАБОТКА СВС-ТЕХНОЛОГИЙ ПОРОШКОВ НИТРИДОВ Al, Si, Zr, Ti И КОМПОЗИЦИЙ НА ИХ ОСНОВЕ» является существенным вкладом в области изучения процессов синтеза и разработки технологии порошков нитридов AlN , Si_3N_4 , ZrN , TiN и композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-MgO}$, $\text{AlN}\cdot\text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{AlN-VN-V}_2\text{N}$ методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, как научная квалификационная работа, по объёму выполненных исследований, новизне и достоверности полученных результатов и выводов полностью соответствует требованиям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013г. №842, а её автор заслуживает присуждения учёной степени доктора технических наук по специальности 1.03.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

24 мая 2022 г

Денисов Виктор Михайлович

Доктор химических наук, профессор, кафедра физической и неорганической химии Сибирский федеральный университет, г.Красноярск, пр.Свободный, 79

E-mail: vdenisov@sfu-kras.ru

Тел. : +7 (391) 206-21-08

Подпись д.х.н., профессора Денисова В.М. удостоверяю:



Иванов И.В.
Заместитель
24.05.2022