

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

Д 212.204.12, созданного на базе Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук.

Аттестационное дело №

Решение диссертационного совета

от «24» июня 2019 года, протокол № 43

О присуждении Швецову Алексею Анатольевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Исследование взаимодействия углерода с расплавом кремния в процессе получения силицированного графита» в виде рукописи по специальностям 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов и 05.17.07 – Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ, технические науки, принятая к защите «18» марта 2019 года, протокол № 11, диссертационным советом Д 212.204.12, созданным на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (125047, Москва, Миусская площадь, 9, приказ о создании диссертационного совета от «20» декабря 2018 года № 373/нк).

Соискатель Швецов Алексей Анатольевич «06» марта 1990 года рождения, окончил в 2013 году Российской химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, после этого освоил программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре акционерного общества «НИИграфит» Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом», затем, в результате перевода, в аспирантуре Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева Министерства высшего образования и науки Российской Федерации в 2017 году.

Диссертация выполнена в научно-производственном отделе углеродных карбидо-кремниевых материалов акционерного общества «НИИграфит» Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» и на кафедре химической технологии керамики и огнеупоров Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Макаров Николай Александрович, гражданин Российской Федерации, профессор кафедры химической технологии керамики и огнеупоров Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева, научный консультант – доктор технических наук Бубненков Игорь Анатольевич, гражданин Российской Федерации, заместитель начальника научно-производственного отдела углеродных карбидо-кремниевых материалов акционерного общества «НИИграфит».

Официальные оппоненты: доктор технических наук, старший научный сотрудник Орков Андрей Львович, гражданин Российской Федерации, ведущий научный сотрудник акционерного общества «Институт новых углеродных материалов и технологий», Москва; доктор химических наук, профессор Тюменцев Василий Александрович, гражданин Российской Федерации, профессор кафедры физики конденсированного состояния, Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Челябинский государственный университет», Челябинск, дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова Российской академии наук, Москва, в своем **положительном** заключении, подписанном доктором химических наук, главным научным сотрудником Каргиным Юрием Федоровичем и кандидатом технических наук, старшим научным сотрудником Лысенковым Антоном Сергеевичем, указала, что диссертация является законченной научно-квалификационной работой, которая направлена на решение важной научно-технической задачи – получению углеродной основы для силицирования из новых видов отечественного сырья в условиях постоянно меняющейся сырьевой базы, и которая соответствует требованиям

п. 9 – 14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 года с изменениями и дополнениями, а её автор – Швецов Алексей Анатольевич, заслуживает присуждения ему степени кандидата технических наук по научным специальностям 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов и 05.17.07 – Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ (отзыв заслушан, одобрен и утвержден на заседании расширенного коллоквиума лаборатории физико-химического анализа керамических материалов «17» апреля 2019 года, протокол № 1).

Соискатель имеет 33 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликовано 19 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 6 работ.

Соискателем опубликованы 12 работ в материалах всероссийских, международных конференций.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Ю.И. Кошелев, И.А. Бубненков, Н.Г. Бардин, **А.А. Швецов**, О.Ю. Сорокин, Н.А. Макаров. Силицированный графит: физико-химические основы получения и перспективы развития. Часть 3. Влияние тепловых эффектов и примесных элементов в кремнии на процесс силицирования // Техника и технология силикатов. 2017. Т. 24, № 3. С. 11-15. (CAS)
2. Ю.И. Кошелев, И.А. Бубненков, **А.А. Швецов**, Н.Г. Бардин, Н.А. Макаров, А.В. Насибулин. Влияние изменения структурных параметров пекового кокса при термообработке на процесс взаимодействия с расплавом кремния // Новые огнеупоры, 2016. - №12. - С. 20-25. (Scopus)

На автореферат диссертации поступило 7 отзывов, *все положительные*. В отзывах указывается, что представляемая работа характеризуется высоким теоретическим и экспериментальным уровнем, имеет большое научное и практическое значение и по своей новизне и актуальности соответствует требованиям Высшей аттестационной комиссии.

В отзыве кандидата технических наук Анатолия Михайловича Кенигфеста, начальника бюро работоспособности углеродных материалов Публичного акционерного общества «Авиационная корпорация «Рубин», в качестве замечания указано, что:

- кроме таблицы 1 (стр. 9 автореферата – «определение содержания фаз на границе раздела Si – C»), стоило бы привести изображение со сканирующего электронного микроскопа с местами локализации точек (и их размера) определения элементов;
- в автореферате не приведено содержание примесей в исходных материалах;
- хорошим дополнением к работе было бы представление данных по микротвёрдости дефектных зон с повышенным содержанием примесных элементов.

В отзыве доктора технических наук, доцента Сергея Николаевича Перевислова, старшего научного сотрудника кафедры химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», в качестве замечания отмечено, что:

- работа смотрелась бы ярче, если бы автор представил результаты физико-механических испытаний полученного силицированного графита.

В отзыве доктора технических наук, профессора Ивана Дмитриевича Кащеева, заведующего кафедрой «Химическая технология керамики и огнеупоров» Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», в качестве замечания указано:

- показано, что увеличение степени совершенства кристаллической структуры углеродного наполнителя приводит к понижению его реакционной способности по отношению к кремнию и улучшению растекания жидкого кремния по его поверхности (с. 9), а с неупорядоченной структурой (стеклоуглерод) обладает большей активностью по отношению к кремнию (с. 10) - это противоречие следовало бы пояснить подробнее;

- автор подробно рассматривает влияние примесей (особенно железа) в исходных материалах на появление брака на изделиях, следовало бы пояснить роль ферросилиция (FeSi) на процессы силицирования и образования карбида кремния;
- следовало бы уточнить предложение (с. 11) «... в процессе силицирования при повышении температуры происходило взаимодействие железа с углеродом с образованием карбида кремния»;
- в табл. 3 (с. 10) указан рис. 22, а и 22, б, такого в автореферате нет.

В отзыве доктора химических наук Елизаветы Петровны Симоненко, ведущего научного сотрудника лаборатории химии легких элементов и кластеров Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова Российской академии наук, в качестве замечания отмечено, что:

- с чем может быть связано появление трещин в первом слое поликристаллического SiC, в результате чего происходит его разрушение после 4 минут взаимодействия?;
- название таблицы 1, с моей точки зрения, не вполне понятное, нет указаний к чему относятся эти очень сильно различающиеся составы;
- неудачным является и выражение «взаимодействие железа с углеродом с образованием карбида кремния» – стр. 11. Вероятно, имелся в виду карбид железа;
- трудно согласиться с тем, что конверсия кубического карбида кремния в гексагональный происходит при температурах выше 2100°C, имеется большое число экспериментальных данных по протеканию такого процесса при температурах >1600 – 1800°C. Возможно, диссертант имел в виду полное превращение $\beta\text{-SiC} \rightarrow \alpha\text{-SiC}$.

В отзыве доктора технических наук Игоря Борисовича Пантелейева, профессора кафедры химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов, и доктора технических наук Андрея Семеновича Мазура, профессора кафедры химической энергетики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», в качестве замечания отмечено, что:

- автор использует термин «высота о.к.р.», это означает то же, что и общеупотребительный термин «размер о.к.р.»?;
- в таблице 1, стр. 9 указано не содержание фаз, а химических элементов. Возникает вопрос, в какой форме, в состав каких соединений входит обнаруженный автором кислород?;
- в таблице 1, стр. 9 втором по результатам РФА определено соотношение кристаллических фаз, причём достаточно точно. Означает ли это, что автор проводил и количественный РФА, из текста автореферата это не следует.

В отзыве Натальи Александровны Голубевой, начальника сектора лаборатории по разработке материалов на основе нитридов для радиопрозрачных обтекателей, а также карбидов и боридов для изделий ракетной техники, и технологии изготовления изделий на их основе, и кандидата технических наук, Натальи Ивановны Ершовой, ученого секретаря акционерного общества «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» имени А.Г. Ромашина», в качестве замечания отмечено, что:

- в работе недостаточно отражено влияние температуры обработки карбонизованной среднезернистой коксо-пековой композиции на ее характеристики, поэтому не представляется возможным определить соответствие полученных результатов поставленным задачам;
- не указана марка и чистота кремния, который использовался для исследования стадий образования карбида кремния при жидкофазном силицировании на установке для исследования смачивания методом «сидящей» капли;
- в работе не отражено влияние атмосферы в которой проводились эксперименты (вакуум/argon);
- в автореферате много опечаток.

Отзыв доктора технических наук, профессора Ульфата Шайхизамановича Шаяхметова, заведующего кафедрой инженерной физики и физики материалов Федерального государственного

бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Башкирский государственный университет», замечаний не содержит.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован тем, что они обладают высокой компетенцией в области технологии керамики, в том числе карбидокремниевой керамики, наличием публикаций в реферируемых журналах и достижениями в области разработки и применения новых керамических и углерод-карбидокремниевых материалов. Высокая научная квалификация и авторитет официальных оппонентов и ведущей организации позволяет им объективно оценить научную и практическую значимость представленной в диссертационный совет работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований: **установлено**, что степень графитации углеродного материала, определяемая по значению межплоскостного расстояния, не является достаточным условием при сравнении углеродных материалов, полученных из различных коксов;

подтверждено, что значительную роль при образовании карбида кремния играет высота областей когерентного рассеяния и соотношение площадей призматической и базисной плоскостей углерода, а также значение микротекстурного параметра и уровень микродеформации кристаллической решетки;

показано, что, несмотря на различную способность к графитации пековых коксов с различными химическими и термическими методами получения, при одинаковом уровне значений отношения площадей призматических и базисных плоскостей, содержание карбида кремния практически одинаково, что, вероятно, свидетельствует о преимущественном внедрении кремния через призматические грани областей когерентного рассеяния в процессе зародышеобразования кристаллов карбида кремния;

исследовано влияние примесей на процесс силицирования, позволившее установить, что при содержании в углеродном материале от 0,023 до 0,17 мас. % железа происходит каталитическая графитация и диспергирование углеродного материала в расплаве кремния, при этом в большинстве случаев после силицирования образуется полигип карбида кремния 15R, способствующий образованию в кристаллах дислокаций и микропор, что приводит к появлению макродефектов в силицированных изделиях;

доказано, что дефектные участки, обнаруженные при проведении просвечивающей рентгеновской дефектоскопии изделий из полученного материала, представляют собой дефектную структуру на основе кремния, содержащую в основном примеси железа, алюминия, кальция и марганца в количествах, намного превышающих их концентрацию в исходном кремнии.

Изложенная **теоретическая значимость** исследования обоснована тем, что:

- показано приоритетное влияние значений рентгеноструктурных параметров углеродного материала на процесс его взаимодействия с расплавом кремния при жидкофазном силицировании;

- установлена зависимость скорости зародышеобразования и роста кристаллов карбида кремния от времени взаимодействия кремния с углеродом, коэффициента диффузии углерода через кремний и карбид кремния и скорости растворения карбида кремния в расплаве кремния;

- высказано предположение, что основными стадиями процесса карбидообразования при жидкофазном силицировании являются: взаимодействие углерода с кремнием путем растворения в кремнии атомарного углерода и перехода в расплав микрогруппировок углерода, затем происходит зародышеобразование, рост кристаллов, процессы рекристаллизации карбида кремния;

- определено влияние надкристаллитной структуры углеродных материалов на параметры пропитки и карбидообразования при объемном силицировании.

- расширены существующие представления о процессах формирования структуры углерод-карбидокремниевых материалов, в том числе и получаемой из новых видов сырья.

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

- результаты работы легли в основу разработки технологии получения среднезернистого

силицированного графита марки СГ-П, который производится в акционерном обществе «НИИграфит»;

- разработан и составлен технологический процесс ТП 00200851-230-2014 в акционерном обществе «НИИграфит», что позволило выполнить договор с акционерным обществом «НПО Высокоточные системы и технологии»;

- результаты работы нашли применение в учебном процессе при организации подготовки бакалавров по направлению 18.03.01 и магистров по направлению 18.04.01 Химическая технология в Российском химико-технологический университете имени Д. И. Менделеева».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- достоверность результатов обеспечена использованием корректных методик эксперимента, соответствующих современному научному уровню;

- подтверждается согласованностью и воспроизводимостью результатов, полученных в различных сериях экспериментов;

- работа выполнена с применением взаимодополняющих друг друга методов анализа.

Результаты работы могут быть рекомендованы для изучения и внедрения в научных и образовательных организациях, а также на предприятиях Российской Федерации.

Личный вклад соискателя состоит в участии в постановке задач исследований, в проведении экспериментов и освоении новых лабораторных методик исследований, анализе литературы по теме работы, получении, обсуждении и обработке результатов, и формулировании основных выводов, а также в личном участии в подготовке основных публикаций по выполненной работе.

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация представляет собой завершенную научно-квалификационную работу, которая направлена на решение важной научно-технической задачи – получения углеродной основы для силицирования из новых видов отечественного сырья в условиях постоянно меняющейся сырьевой базы. По своему содержанию диссертация соответствует паспортам специальностей научных работников: 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов – по пп. 1, 2 и 4 формулы специальности и п. 1.2 области исследований, а также паспорту специальности научных работников и 05.17.07 – Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ – по формуле специальности и пп. 10 и 11 области исследований.

По актуальности, новизне, практической значимости диссертация соответствует требованиям, установленным «Положением о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 (с изменениями и дополнениями), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

На заседании «24» июня 2019 года, протокол № 43, диссертационный совет принял решение присудить Швецову Алексею Анатольевичу ученую степень кандидата технических наук по специальностям 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов и 05.17.07 – Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 5 докторов наук по 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов (технические науки) и 3 доктора наук по 05.17.07 – Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ (технические науки), участвовавших в заседании, из 27 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены в состав диссертационного совета 3 человека, проголосовали: за присуждение учёной степени – 17, против присуждения учёной степени – нет, недействительных бюллетеней – 1.

Председатель диссертационного совета



И. Х. Аветисов

Ученый секретарь диссертационного совета

Юлий
24

А. В. Беляков

5