ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

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

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета

от 28 августа 2019 года, протокол №59

О присуждении Василькову Олегу Олеговичу,

гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук

Диссертация «Получение и исследование кристаллических порошков хромоникелевой шпинели для терморегулирующих покрытий с высокой излучательной способностью» в виде рукописи по специальности 05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, технические науки, принята к защите 24 июня 2019 года, протокол №43, диссертационным советом Д 212.204.12 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 Васильков Олег Олегович 15 апреля 1992 года рождения, в 2014 году окончил Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева Министерства образования и науки Российской Федерации. Освоил программу подготовки кадров высшей квалификации в аспирантуре Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева Министерства образования и науки Российской Федерации в 2018 году. Работает в Российском химико-технологическом университете имени Д.И. Менделеева Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в должности ведущего инженера кафедры общей технологии силикатов. Диссертация выполнена на кафедре общей технологии силикатов Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат технических наук, доцент Баринова Ольга Павловна, доцент кафедры общей технологии силикатов Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор Шаяхметов Ульфат Шайхизаманович, гражданин Российской Федерации, заведующий кафедрой инженерной физики и физики материалов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Башкирский государственный университет», Уфа;

кандидат технических наук Лысенков Антон Сергеевич, гражданин Российской Федерации, старший научный сотрудник лаборатории физико-химического анализа керамических материалов (№33) федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук,

Москва, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Общество с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Бакор», Москва, Щербинка, в своем положительном заключении, подписанном председателем научно-технического совета организации, генеральным директором общества с ограниченной ответственностью, доктором технических наук Красным Борисом Лазаревичем, указала, что диссертация посвящена актуальным исследованиям по разработке энергосберегающего метода получения кристаллических порошков хромоникелевой шпинели для терморегулирующих покрытий в ракетно-космической отрасли, показывает новый метод синтеза спонтанной кристаллизацией из раствора в расплаве, содержит практические важные результаты по синтезу, исследованию свойств порошков хромоникелевой шпинели и покрытий на их основе, а ее автор Васильков Олег Олегович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов (отзыв заслушан и одобрен на научно-техническом совете, протокол № 8 от 27.06.2019).

Соискатель имеет 13 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 6 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 2 работы. Опубликованные работы общим объемом 26 страниц полностью отражают результаты, полученные в диссертации. Соискателем опубликовано 4 работы в материалах всероссийских и международных конференций и симпозиумов. Монографий, патентов, авторских свидетельств, депонированных рукописей соискатель не имеет.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Васильков О.О., Баринова О.П., Кирсанова С.В., Марнаутов Н.А., Елфимов А.Б. «Керамические пигменты черного цвета на основе хромоникелевой шпинели $NiCr_2O_4$» // Стекло и керамика. 2017. №7. июль С. 14-18. (*Web of Science, Scopus*)
2. Васильков О.О., Баринова О.П., Кирсанова С.В., Елфимов А.Б, Марнаутов Н.А. «Влияние температуры на синтез спонтанной кристаллизацией хромита никеля $NiCr_2O_4$» // Техника и технология силикатов. 2018. Том 25. № 4. С. 118-123. (*Chemical Abstracts Service*)

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах.

На диссертацию и автореферат поступило 6 отзывов, все положительные. В отзывах указывается, что представленная работа содержит значительное количество актуальных экспериментальных данных, имеет большое практическое значение и по своей новизне и актуальности соответствует требованиям Высшей аттестационной комиссии.

В отзыве кандидата технических наук, научного сотрудника федерального государственного автономного учреждения «Научно-исследовательский институт» Центр экологической промышленной политики» Санжаровского Александра Юрьевича в качестве замечания отмечено, что в связи с развитием альтернативных источников энергии представляет интерес возможность использования синтезированного хромита никеля для повышения эффективности энергетических гелиоустановок.

В отзыве кандидата технических наук, старшего научного сотрудника федерального государственного бюджетного учреждения науки Объединенного института высоких температур Российской академии наук Шавелкиной Марины Борисовны в качестве замечания отмечено, что

в выводах не приведены результаты исследований по увеличению выхода фракции 40-100 мкм хромита никеля при введении затравочного материала из фракции менее 40 мкм.

В отзыве доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой технологии неорганических веществ и материалов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет» Хацринова Алексея Ильича в качестве замечаний отмечено, что автор для обозначения одного и того же понятия использует три термина. Автором не указано в каком диапазоне спектра и какой коэффициент излучения был исследован. Не указано значение шероховатости поверхности, влияющее на значение коэффициента.

В отзыве доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» Пантелеева Игоря Борисовича в качестве замечаний отмечено, что при определении оптимального содержания растворителя (NaCl) автор проводил синтез в том числе при 950 °С, однако затем подобные данные не используются. Из текста автореферата неясно, использовали ли метод количественного РФА для выбора концентрации растворителя.

В отзыве кандидата химических наук, старшего научного сотрудника научно-исследовательской лаборатории разработки материалов на основе тугоплавких оксидов акционерного общества «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» имени А.Г. Ромашина» Зайчук Татьяны Владимировны в качестве замечаний отмечено, что в автореферате перечислены несколько расплавных растворителей, но не указаны критерии их выбора. Неясен выбор хлорида натрия для дальнейших исследований. Не указана концентрация растворителя при синтезе материала, на который разработаны технические условия. В автореферате имеются опечатки, неточности и некорректные словосочетания.

В отзыве кандидата технических наук, ведущего научного сотрудника федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский политехнический университет» Тарасовского Вадима Павловича в качестве замечания отмечено, что в автореферате в таблице 2 приведены значения рентгеновской (расчетной) плотности $NiCr_2O_4$ в зависимости от температуры спонтанной кристаллизации, но не проведено сравнение этих численных значений с численными значениями истинной плотности (экспериментальной) полученной пикнометрическим методом.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован их высокой компетентностью, которая подтверждена значительным количеством публикаций в области технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов и позволяет оценить научную и практическую значимость диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработана новая экспериментальная энергосберегающая методика синтеза хромита никеля $NiCr_2O_4$ со структурой шпинели спонтанной кристаллизацией из раствора в расплаве, позволяющая получить материал с высокой излучательной способностью, (коэффициент излучения $\varepsilon = 0{,}94$);

- предложен подход по компьютерному моделированию форм огранения хромита никеля (октаэдра, куба, ромбододекаэдра и тетрагонтриоктаэдра) с учетом соответствия пространственной группе шпинели Fd3m, результаты подтверждены данными электронной микроскопии;
- доказано наличие закономерностей влияния природы расплавного растворителя, его содержания, температурно-временного режима на рентгенофазовый, зерновой состав порошков хромита никеля;

Теоретическая значимость работы обоснована тем, что впервые *доказано* образование хромита никеля состава $NiCr_2O_4$ со структурой шпинели октаэдрического габитуса с высоким коэффициентом излучения (ε = 0,94) в раствор-расплавных системах NaCl, $CaCl_2$, Li_2MoO_4 при температуре 950 °С, что существенно расширяет представления о кристаллизации в раствор-расплавных системах; *изложены* основы влияния технологических факторов кристаллизации на свойства хромита никеля; *изучена* взаимосвязь морфологии хромита никеля с кристаллохимическими характеристиками и условиями синтеза.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:
- разработана методика низкотемпературного синтеза порошков $NiCr_2O_4$ спонтанной кристаллизацией из раствора в расплаве, существенно снижающая температуру (от 1720 до 950 °С) и время синтеза (от 100 до 8 час.);
- разработаны технические условия (ТУ 2610-018-02066492-2016) «Хромоникелевая шпинель для терморегулирующих покрытий» и внедрены в ОСТ 92-0929-89;
- изготовлены и испытаны опытные партии кристаллических порошков, плазменным напылением получены адгезионно-прочные равномерные покрытия класса «истинный поглотитель»;
- изготовлены и испытаны опытные партии кристаллических порошков, по лакокрасочной технологии получены терморегулирующие покрытия с коэффициентом излучения ε = 0,93, устойчивые к воздействию факторов космического пространства.

Результаты работы могут быть рекомендованы для изучения и внедрения в научных и образовательных организациях, а также на предприятиях, производящих терморегулирующие покрытия на основе хромоникелевой шпинели: публичное акционерное общество Ракетно-космическая корпорация «Энергия» и акционерное общество «Композит».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:
– экспериментальные данные получены на современном сертифицированном оборудовании, показана воспроизводимость результатов исследования;
– выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнения и согласуются с современными представлениями о свойствах хромита никеля и терморегулирующих покрытиях с высокой излучательной способностью на основе хромита никеля.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном участии в постановке задач исследований, в проведении всех стадий экспериментов, в обсуждении и обработке результатов и формулировании основных выводов, подготовки публикаций по выполненной работе, включая доклады на конференциях различного уровня.

По своему содержанию диссертация отвечает паспорту специальности 05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов в части:

- области исследований, пункт 1.2 «Керамические и огнеупорные материалы и изделия на их основе. Получение исходных материалов, в том числе порошков с требуемой структурой (химическим и фазовым составом, формой частиц, размером, распределением по размеру); смешивание компонентов; формование заготовок; процессы обжига и спекания; послеобжиговая обработка для придания требуемых свойств» - разработана низкотемпературная методика синтеза спонтанной кристаллизацией из раствора в расплаве кристаллических порошков хромоникелевой шпинели; -исследованы спектральные характеристики в видимой, инфракрасной области, коэффициенты излучения и поглощения солнечного излучения хромита никеля $NiCr_2O_4$;

- области исследований, пункт 1.4 «Композиционные материалы на основе СиТНМ, в том числе в сочетании с металлами и органическими высокомолекулярными соединениями. Получение исходных материалов; смешивание компонентов; формирование структуры на стадии изготовления заготовок и их последующего упрочнения; обработка материалов и изделий для придания требуемых свойств» - исследованы функциональные свойства терморегулирующих покрытий на основе хромоникелевой шпинели.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация представляет собой завершенную научно-квалификационную работу, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки, в частности, технологические решения в области разработки нового научно-обоснованного метода получения кристаллических порошков хромита никеля, используемых для создания терморегулирующих покрытий в ракетно-космической промышленности, имеющие существенное значение для развития страны. По актуальности, новизне, практической значимости диссертация соответствует критериям, установленным пунктами 9-14 «Положения о присуждении 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 28 августа 2019 года, протокол № 59, диссертационный совет принял решение присудить Василькову Олегу Олеговичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 7 докторов наук по научной специальности и отрасли науки рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 24 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени - 18, против присуждения ученой степени - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Председатель диссертационного совета И. Х. Аветисов

Ученый секретарь диссертационного совета Н. А. Макаров