

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.217.01, созданного
на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования

«Самарский государственный технический университет»

Министерства науки и высшего образования Российской Федерации
по диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 28.09.2018 г. протокол № 7

О присуждении Кондратьевой Людмиле Александровне гражданке Российской Федерации ученой степени доктора технических наук.

Диссертация «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез порошков нитридных композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$, AlN-BN , AlN-TiN , BN-TiN с применением азидов натрия и галоидных солей» по специальности 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества» принята к защите 1 июня 2017 г., протокол №3 диссертационным советом Д 212.217.01, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» Министерства науки и высшего образования РФ, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, д.244, приказ №105 нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Кондратьева Людмила Александровна, 1984 года рождения, 2007 году окончила государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Самарский государственный технический университет». Диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук защитила в 2010 г. по специальности 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», в диссертационном совете, созданном на базе государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Самарский государственный технический университет» федерального агентства по образованию. Работает в должности доцента на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» Министерства науки и высшего образования РФ.

Диссертация выполнена на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» при ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» Министерства науки и высшего образования РФ. Научный консультант - доктор технических наук Бичуров Георгий Владимирович, проректор по вечернему и заочному обучению ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», профессор кафедры «Металловедение,

порошковая металлургия, наноматериалы».

Официальные оппоненты: Зиатдинов Мансур Хузиахметович, доктор технических наук, старший научный сотрудник Научно-исследовательского института прикладной математики и механики Томского государственного университета, г. Томск; Ильин Александр Петрович, доктор физико-математических наук, профессор отделения естественных наук федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск; Ситников Александр Андреевич, доктор технических наук, профессор, директор Инновационно-технологического центра федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», г. Барнаул, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва в своем положительном заключении, подписанном директором научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН (НУЦ СВС), заведующим кафедрой «Порошковая металлургия и функциональные покрытия» (ПМиФП), доктором технических наук, профессором Левашовым Евгением Александровичем, ученым секретарем кафедры ПМиФП, кандидатом технических наук доцентом Лопатыным Владимиром Юрьевичем, ученым секретарем, ведущим научным сотрудником НУЦ СВС, кандидатом технических наук, доцентом кафедры ПМиФП Курбаткиной Викторией Владимировной и утвержденном профессором, доктором технических наук, проректором по науке и инновациям Филоновым Михаилом Рудольфовичем, указала, что диссертация является научно-квалификационной работой и содержит новые обоснованные технические решения, внедрение которых внесет существенный вклад в развитие экономики страны в сфере разработки композиционных керамических наноструктурных материалов для машиностроения и других отраслей промышленности.

Соискатель имеет 186 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации – 170 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях - 26.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации: 1. Amosov, A.P. Nitride Nanopowders by Azide SHS Technology [Текст] / A.P. Amosov, G.V. Bichurov, L.A. Kondrat'eva, I.A. Kerson // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis.- Vol.26.- No.1, 2017, pp. 11-21. 0,69 п.л./0,30 п.л. 2. Kondratieva, L.A. Investigation of possibility to fabricate Si_3N_4 -TiN ceramic nanocomposite powder by azide SHS method [Текст] / L.A. Kondratieva, I.A. Kerson, A.Yu. Illarionov., A.P. Amosov, G.V. Bichurov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.- Vol. 156 (2016), pp. 1-6. 0,38 п.л./0,14 п.л. 3. Shiganova, L. (Kondratieva, L.) Self-propagating high-temperature synthesis of composite nanopowder AlN-BN from systems «sodium azide – Halides of aluminum and

boron [Текст] / L. Shiganova (L. Kondratieva), G. Bichurov, I. Kerson, V. Novikov, A. Ermoshkin // Key Engineering Materials.- Vol. 685, 2016, pp. 578-582. 0,31 п.л./0,20 п.л.

4. Shiganova, L. (Kondratieva, L.) Study of pobibility of obtaining nanopowder composition of «aluminum nitride- Boron nitride» by azide SHS technology [Текст] / L. Shiganova (L. Kondratieva), G. Bichurov, I. Kerson, V. Novikov, A. Amosov // Key Engineering Materials.- Vol. 684 (2016), 2016, pp. 379-386. 0,50 п.л./0,35 п.л.

5. Amosov, A. Combustion synthesis of TiN-BN nanostructured composite powder with the use of sodium azide and precursors of titanium and boron [Текст] / A. Amosov, L. Shiganova (L. Kondratieva), G. Bichurov, I. Kerson // Modern Applied Sciences.- Vol.9.- No.3, 2015, pp. 133-144. 0,75 п.л./0,20 п.л.

6. Kerson, I. Obtaining the Nanostructured Nitride Composition TiN-BN Powder by the Self-Propagating High-Temperature Synthesis from the Azide «KBF₄-NaN₃-Na₂TiF₆» and «NH₄BF₄-NaN₃-Na₂TiF₆» Systems [Текст] / I. Kerson, L. Shiganova (L. Kondratieva) // Applied Mechanics and Materials.- Vol.698 (2015), pp.507-512. 0,38 п.л./0,25 п.л.

7. Кондратьева, Л.А. Анализ возможности синтеза нитридных композиций TiN-BN, AlN-BN и Si₃N₄-TiN по азидной технологии CBC [Текст] / Л.А. Кондратьева, И.А. Керсон, А.П. Амосов, Г.В. Бичуров // Журнал «Известия Самарского научного центра Российской академии наук».- Т.19. - №1(3), 2017.- С. 536-542. 0,44 п.л./0,30 п.л.

8. Кондратьева, Л.А. Химическая стадийность образования нитридных композиций Si₃N₄-TiN, Si₃N₄-BN и Si₃N₄-AlN в режиме CBC-Аз [Текст] / Л.А. Кондратьева, Г.В. Бичуров // Вестник Самарского государственного технического университета. Серия Технические науки. - №3 (51), 2016, С. 130-135. 0,38 п.л./0,28 п.л.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах. На диссертацию и автореферат поступило 13 отзывов. Все отзывы положительные, в них отмечается, что диссертация является завершенной научно-квалификационной работой, соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», а ее автор Кондратьева Л.А. заслуживает присуждения ей ученой степени доктора технических наук, по специальности 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества».

1. Отзыв ведущей организации. Замечания: 1. В тексте часто встречается словосочетание «рациональные системы», но не дано определение данного термина. 2. В диссертационной работе приводятся значения средних размеров частиц синтезируемых порошков, но в главе 2 не описана методика определения среднего размера. 3. В главе 4 (и приложении П.72) установлены системы для получения нитридных композиций. Видно, что получаемые конечные продукты, представляют собой нитридные композиции, содержащие в своем составе около 20 % побочных веществ - Na₃AlF₆ и Si. При этом не ясно с чем связано такое большое содержание побочных продуктов и зачем нужны нитридные композиции с высокой концентрацией галогенида? 4. В главе 4 нет объяснения отсутствия фазы бора или соединений с бором на рентгенограммах продуктов

(приложения 89, 93, 94), синтезированных из систем, в составе которых присутствовала галоидная соль KBF_4 . 5. В главе 4 в таблице 4.19 указывается, что система « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6 + y\text{Ti} + z\text{NaN}_3$ » при повышенном количестве титана в исходной шихте не способна к инициированию процесса горения. Автор не объясняет причины такого влияния титана. 6. В главе 5 при описании стадийности химических превращений нитридных композиций не представлены дифрактограммы продукта после закалки. 7. В заключении диссертационной работы в качестве первых трех выводов приводятся общие констатирующие факты, не содержащие конкретных результатов исследований. 8. Автор привел большое количество выводов, некоторые из которых можно объединить.

2. Отзыв официального оппонента д.т.н., с.н.с. Зиятдинова Марсура Хузнахметовича.

Замечания: 1. В разделе 3 (ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОБРАЗОВАНИЯ НИТРИДНЫХ КОМПОЗИЦИЙ) излишне подробно описаны результаты термодинамических расчетов содержания равновесных продуктов и адиабатических температур горения смесей. Эту часть диссертации без ущерба для целостности работы можно было сократить. 2. Замечание по оформлению. В списке трудов автора нет ссылок на второй патент и вторую монографию.

3. Отзыв официального оппонента д.ф.-м.н., профессора Ильина Александра Петровича.

Замечания: 1. Объем материалов диссертации вызывает много вопросов: без приложений – это 401 страница, а с приложениями – 881 стр... Зачем нужно было включать такой объем материала в диссертационную работу? 2. В диссертационной работе и в автореферате отсутствует раздел «Степень разработанности темы», поэтому необходимо ответить на вопрос: что было сделано до работ диссертанта? 3. Пункт 4 раздела «Научная новизна» носит аннотационный характер: необходимо раскрыть сущность «механизмы химических реакций» СВС-Аз нитридных композиций. 4. В разделе «Объект исследования» и по тексту диссертации автор не корректно использует термины «ультрадисперсный порошок и нанопорошок», например, вывод 2 диссертации. 5. Что такое «рациональная система» и каковы критерии рациональности? 6. В работе используется термин «средний размер», но в исследованиях используют: среднеповерхностный, среднечисловой, среднемассовый диаметр и другие. Какой «средний» использовал диссертант и каким образом его определял? 7. С чем связано неравномерное распределение материалов по главам диссертации: с неумением планировать или обусловлено другими причинами?

4. Отзыв официального оппонента д.т.н., профессора Ситникова Александра Андреевича.

Замечания по диссертации: 1. П.1 научной новизны. Автор указывает: «... позволяет получить в процессе СВС-Аз наноразмерные порошковые нитридные композиции. Это происходит за счет образования в процессе синтеза большого количества газообразных продуктов, что приводит к разрыхлению реакционной массы и конечных продуктов, не давая им спекаться, и тем самым

позволяя получать порошкообразные наноматериалы...». Процесс СВС действительно может сопровождаться выделением газообразных продуктов и разрыхлением реакционной массы. Однако в работе отсутствует подтверждение того, что именно газообразование позволяет получать наноразмерные порошкообразные композиции. 2. На стр. 330 отмечается, что «...Для процессов СВС химическая природа реагентов непосредственного значения не имеет – важны лишь величина теплового эффекта реакции и законы тепловыделения и теплопередачи, агрегатное состояние реагентов и продуктов, кинетика фазовых и структурных превращений и другие макроскопические характеристики процесса...». Что имел в виду автор под химической природой реагентов? Почему для процессов СВС, по мнению автора, химическая природа реагентов не имеет значения? 3. При определении химической стадийности образования микро- и нанопорошковых нитридных композиций (стр. 334, 337, 339 диссертации) говорится о неполноте прохождения химических реакций, влияющих на параметры горения и синтеза, и в результате в конечном продукте остается не прореагированные элементы. Делаются разные выводы по этому поводу: «...из-за больших скоростей горения (1,00 см/с), газообразный азот не успевает проникать через пространство между частицами порошковой шихты в центр образца и реакция азотирования не успевает пройти, а также за счет теплоотвода тепла от горящего образца к холодным стенкам реактора быстро понижается температура горения...», «...реакция является экзергонической, т.е. самопроизвольной и протекает без притока энергии извне...». Что послужило основанием утверждать вышеотмеченное? Контролировалось ли качество смешивания реагентов? Дисперсное состояние веществ твердой фазы? *Замечания по оформлению:* 1. На основании выводов из литературного обзора формулируется цель и задачи исследования. В работе цель и задачи исследования представлены во введении и не совсем согласуются с выводами 1-ой главы. Например, зачем 3-я задача по термодинамическому расчету? 2. Выводы по главам – это отдельные параграфы. Отсутствует их нумерация и, соответственно, их нет в содержании. 3. В разделе «Заключение» отсутствуют перспективы дальнейшей разработки темы. 4. В заключении два 8-х вывода разные по содержанию. 5. Работа перегружена объемом приложений (480 стр.), что затрудняет ее анализ.

5. Отзыв ученого секретаря АО «ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина», к.т.н. Ершовой Натальи Ивановны, г. Обнинск. Замечания: В разделе «Основные выводы» следует делать акцент на самих выводах, а не на процессах, в ходе которых они сформулированы. Например: «1. Проведен литературный обзор, в котором рассмотрены...». Лучше: «1. В результате изучения наиболее перспективных способов получения...установлено, что...». Факт «проведения литературного обзора» можно вообще не упоминать, это обязательная часть любой диссертационной работы.

6. Отзыв генерального директора ГНПО ПМ - директора ГНУ ИПМ, д.т.н., член-корреспондента НАН Беларуси, лауреата государственной премии РБ, заслуженного деятеля науки и техники РБ Ильющенко Александра Федоровича, г. Минск. Замечания: 1. Следовало уточнить критерии выбора рациональных систем для синтеза порошковых композиций (минимизация примесей либо размер частиц синтезированных порошков, соотношение нитридов, что-то еще). 2. На стр. 18 автореферата объясняется несоответствие расчетных и экспериментальных температур горения в различных системах. Однако остается неясным, можно ли прогнозировать на основании термодинамических расчетов возможность осуществления СВС и параметры горения в таких сложных системах. 3. При обосновании выбора метода в качестве преимуществ отмечались снижение стоимости исходных реагентов, чистота синтезируемых материалов и возможность более равномерного распределения компонентов в получаемых композициях. Для оценки эффективности предлагаемого подхода было бы целесообразно привести в автореферате сравнительные характеристики порошковых композиций, полученных по разработанной технологии и имеющихся аналогов, либо изделий из них.

7. Отзыв заведующего кафедрой машиностроения и материаловедения Поволжского государственного технологического университета, д.т.н., профессора Алибекова Сергей Якубович, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола. Замечаний нет.

8. Отзыв к.т.н., доцента, заведующего кафедрой технологии материалов, стандартизации и метрологии ФГБОУ ВО «Ярославский государственный технический университет» (ЯГТУ) Ивановой Валерии Анатольевны, г. Ярославль. Замечания: 1. В автореферате диссертации не представлено обоснование выбора точек контроля температуры при проведении экспериментальных исследований. 2. В автореферате диссертации упоминается о характеристиках исходного сырья и материалов, используемых для синтеза нанопорошков нитридных композиций, однако не указывается о требованиях к этим материалам и влиянии их характеристики на протекание химических реакций. 3. В автореферате диссертации отсутствуют сведения об оценке опасности разработанного технологического процесса для окружающей среды и здоровья человека, а также о методах контроля как технологического процесса, так и получаемых нанопорошков.

9. Отзыв ведущего научного сотрудника Отдела структурной макрокинетики Федерального государственного учреждения науки Томский научный центр СО РАН, д.ф.-м.н. Лапшина Олега Валентиновича, г. Томск. Замечания: К недостаткам диссертации можно отнести ее большой объем, состоящий из 6 глав, размещенных вместе с приложениями на 881 странице – в этом недоработка автора, не уделившего должного внимания оформлению результатов проведенных исследований. Отмеченный недостаток не является определяющим.

10. Отзыв заслуженного деятеля науки РФ, д.т.н., профессор кафедры «Технология

машиностроения» Южно-Российского государственного политехнического университета (НПИ) имени М.И. Платова Дорофеева Владимира Юрьевича, г. Новочеркасск. Замечания: 1. Зависимости адиабатической температуры и изменения энтальпии, приведенные на рис. 4, 5 (с. 11, 12), не обсуждаются. 2. При описании результатов исследований структурообразования конечных порошковых продуктов после сгорания в волне СВС исходных шихт рационального (оптимального) состава на сс. 27-30 автор не приводит данные химического анализа полученных композиций. Не ясно, проводился ли такой анализ и какова была его точность.

11. Отзыв заведующего кафедрой химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт» (технический университет), д.т.н., профессора Пантелеева Игоря Борисовича, г. Санкт-Петербург. Замечания: 1. Число статей, монографий и патентов на стр. 9 не совпадает со списком работ на стр.34-36. 2. По данным РФА автор не только оценивает фазовый состав, но и приводит химический состав с точностью до 1%, однако как это выполнялось, автор не поясняет. 3. Можно ли называть полученные автором порошки наноразмерными, если в таблице 1 автореферата все пороки крупнее 100 нм?

12. Отзыв д.т.н., доцента кафедры «Физика», профессор кафедры «Контроль и испытание материалов» ФГБОУ ВО «Пензенского государственного университета» Недорезова Валерия Григорьевича; к.т.н., доцента кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение» ФГБОУ ВО «Пензенского государственного университета», лауреата Премии Советов министра СССР Пак Чир Ген, г. Пенза. Замечания: 1. Не указано как проводился расчет адиабатической температуры и, соответственно, нет на представленных графиках 4-6 доверительных интервалов. 2. В соответствии с расчетами графики должны быть гладкими функциями без явных точек перегиба. 3. В автореферате указаны решетки образующихся соединений, однако не указано какую структуру они имеют. К какой пространственной группе они относятся? 4. По тексту автореферата указывается о двух патентах и двух монографиях, в то время как в списке публикаций указаны только по одной.

13. Отзыв заведующего кафедрой «Технология изделий из пиротехнических и композиционных материалов» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», д.т.н., профессора Тимофеева Николая Егоровича и доцента кафедры «Технология изделий из пиротехнических и композиционных материалов» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», к.т.н. Михайлова Анатолия Сергеевича, г. Казань. Замечания: 1. Почему рассматриваются именно такие соотношения между продуктами? 2. Полученные в диссертационной работе результаты имеют общий характер и могут ли использоваться для других целевых продуктов подобного семейства? 3. В тексте первой главы приводится перечень материалов, а не факты: объем рынка,

производители-потребители, спрос рынка. Такая информация существенно бы повысила значимость работы. Во второй главе нет сведений о технологии приготовления составов и технике подготовки образцов. Если оболочка из кальки, значит образцы не уплотнялись. Возможно применяли виброуплотнение, но тогда возникает вопрос – было расслоение или нет? Поскольку использовали термпарный метод, то точно получали термограммы прогретого слоя. Это очень интересная и важная информация, но в автореферате она не приводится. Отсутствуют численные значения точности измерений исследуемых параметров. В третьей главе – выполнение расчетов осуществляют при каких-то условиях (постоянного объема или постоянного давления), которые не указаны. В тексте автореферата по четвертой главе во втором абзаце появляется сочетание «рациональные системы». О смысле этого выражения приходится только догадываться. Химия СВС основана преимущественно на стехиометрических соотношениях, так как избыток любого реагента является разбавителем и загрязняет целевой продукт, который и является целью процесса. Видимо «рациональная система» не является стехиометрической и определяется какими-то другими соображениями. В экспериментальной части – реакции СВС подчиняются закону Аррениуса. Требуется объяснения к рисункам 6б, 6г, 7а, на которых температура и скорость горения разнонаправлены. В чем причина? Вызывает сомнение механизм «закалки», представленный на стр.18. Во фронте реагирования конденсированных систем при горении создается некоторое избыточное давление по сравнению с окружающей средой. Опыты проводили при избыточном давлении. При сбросе в емкости весь прогретый слой разбрасывает избыточное давление в его парах. Вряд ли там что-то останется. Очень важный вопрос, на который нет ответа – в каком виде образуется целевой продукт? При горении формируется газодисперсная фаза в виде дыма. После остывания что образуется? В шестой главе желательно было указать, что дает применение наноразмерных продуктов в сравнении с обычными микронного размера на каких-нибудь композитах, например «СТИМ» и «Сигма». Это добавило бы убедительности выполненным исследованиям.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их широкой известностью своими достижениями в области химической физики, горения и взрыва, физики экстремальных состояний вещества, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

предложен процесс синтеза в режиме СВС-Аз нитридных композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$, AlN-BN , AlN-TiN и BN-TiN из систем «азотируемый элемент - галогенид азотируемого элемента - азид натрия» и «галогениды азотируемых элементов - азид натрия»;

показана теоретически и экспериментально подтверждена возможность получения по азидной технологии СВС нитридных композиций не только из систем «азотируемый элемент – галогенид азотируемого элемента – азид натрия», но и из систем «галогениды азотируемых элементов – азид натрия»;

доказана перспективность применения галоидных солей азотируемых элементов Si (Ti, Al, B) в качестве прекурсоров для синтеза наноразмерных порошковых нитридных композиций;

установлены закономерности горения систем «азотируемый элемент - галогенид азотируемого элемента - азид натрия» и «галогениды азотируемых элементов - азид натрия» и взаимосвязь микроструктурного и фазового состава продуктов синтеза с технологическими параметрами процесса СВС;

предложены механизмы взаимодействия исходных компонентов шихты в процессе СВС нитридных композиций в результате исследования промежуточных продуктов горения и оптимальный (рациональный) состав реакционной шихты;

разработаны практические рекомендации по организации технологического процесса производства порошков нитридных композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$, BN-TiN , $\text{AlN-BN-Na}_3\text{AlF}_6$, $\text{AlN-TiN-Na}_3\text{AlF}_6$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN-Na}_3\text{AlF}_6\text{-Si}$ в режиме СВС-Аз;

получены методом СВС-Аз порошковые продукты (нитридные композиции), которые состоят из субмикrokристаллических равноосных, сферических, пластинчатых и волокнистых частиц среднего размера 150-250 нм с отдельными наночастицами средний размер которых составляет 70-100 нм или субмикронными частицами - 400-500 нм.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана на основе термодинамических расчетов возможность протекания СВС процесса синтеза нитридных композиций из большинства систем «азотируемый элемент - галогенид азотируемого элемента - азид натрия» и «галогениды азотируемых элементов - азид натрия»;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих базовых методов исследования, в том числе численных термодинамических расчетов и экспериментальных методик;

раскрыты возможности применения более дешевых исходных компонентов для получения качественного целевого продукта за счет использования при синтезе нитридных композиций в исходной шихте вместо чистого азотируемого элемента галогенид (прекурсор) этого же азотируемого элемента;

раскрыты проблемы получения наноразмерных порошковых нитридных композиций без побочных промежуточных продуктов горения;

определены условия и факторы, влияющие на закономерности горения и свойства, получаемых при синтезе микро- и нанопорошковых нитридных композиций без побочных продуктов Si_3N_4 -

TiN, Si₃N₄-BN, BN-TiN и композиций, в составе которых содержится галоидная соль Na₃AlF₆ и кремний: AlN-BN-Na₃AlF₆, AlN-TiN-Na₃AlF₆, Si₃N₄-AlN-Na₃AlF₆-Si;

изучено влияние соотношения компонентов в исходных системах на температуру и скорость горения, кислотно-щелочной баланс промывной воды, структурообразование, фазовый и количественный состав продуктов синтеза;

построены физико-химические модели (механизмы реакций) получения нитридных композиций из рациональных систем «9Si+(NH₄)₂TiF₆+6NaN₃», «3AlF₃+3Si+9NaN₃», «KBF₄+9Si+3NaN₃», «3Al+NH₄BF₄+4NaN₃», «Al+3(NH₄)₂TiF₆+18NaN₃», «KBF₄+3(NH₄)₂TiF₆+21NaN₃» и «NH₄BF₄+3Na₂TiF₆+16NaN₃».

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

установлены закономерности горения и синтеза нитридных композиций, полученных из систем «азотируемый элемент - галогенид азотируемого элемента - азид натрия» и «галогениды азотируемых элементов - азид натрия», с использованием азидов натрия в качестве азотирующего элемента и галоидных солей, являющихся прекурсорами элементов Si, Ti, Al, B;

определены рациональные системы для синтеза микро- и наноразмерных нитридных композиций по азидной технологии СВС;

разработан и внедрен в исследовательскую практику способ получения методом СВС-Аз порошковых нитридных композиций Si₃N₄-TiN, Si₃N₄-BN, BN-TiN, AlN-BN-Na₃AlF₆, AlN-TiN-Na₃AlF₆, Si₃N₄-AlN-Na₃AlF₆-Si из рациональных систем;

результаты диссертационной работы используются при выполнении курсовых и выпускных квалификационных работ бакалавров и магистров по направлениям 22.03.01 и 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов», а так же были использованы при подготовке учебных пособий и учебно-методических материалов для проведения занятий по курсам «Теория, технология и материалы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза», «Материалы СВС и их применение», «Физико-химические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза» в ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» г. Самара.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

в ходе экспериментальных работ получены результаты с использованием современных аттестованных методов и методик, в том числе термопарных методов с применением аналого-цифрового преобразователя при экспериментальном исследовании процессов горения, а также применением сертифицированного оборудования и современного программного обеспечения при выполнении аналитических расчетов и методов рентгенофазового, электронно-микроскопического и микрорентгеноспектрального анализов при исследовании продуктов синтеза;

теория основана на положениях соответствующего раздела физики горения и взрыва;

теория термодинамических расчетов построена на применении известного метода минимизации термодинамического потенциала (энергии Гиббса);

идея базируется на анализе практики получения нитридных композиций различными способами, в том числе методом СВС, используя прием уменьшения дисперсности синтезируемых порошков – использование в качестве исходных реагентов не чистых порошков азотируемых элементов, а галоидных солей, в состав которых входят эти азотируемые элементы;

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации с обоснованием подбора аппаратуры и объектов исследования;

установлено качественное и количественное совпадение результатов соискателя с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике.

Личный вклад соискателя состоит: в постановке задач исследования, выбор направлений и методов исследований, выбор составов для получения нитридных композиций; в расчетах теоретических параметров перед проведением экспериментов; в непосредственном участии соискателя в получении исходных данных и научных экспериментах; в личном участии в апробации результатов исследования; в обработке и интерпретации экспериментальных данных; в подготовке основных публикаций по работе.

На заседании 28 сентября 2018 года диссертационный совет принял решение присудить Кондратьевой Людмиле Александровне ученую степень доктора технических наук по научной специальности 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества» за решение научной проблемы разработки нового метода получения наноразмерных и наноструктурных порошков нитридов и их композиций на основе процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза с применением азидов натрия и галоидных солей в качестве прекурсоров азотируемых элементов, имеющей важное хозяйственное значение и существенное значение для развития химической физики, горения и взрыва, экстремальных состояний вещества.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 22 человека, из них 6 докторов технических наук по специальности 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», участвовавших в заседании, из 30 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту – 0, проголосовали: за присуждение ученой степени – 19, против присуждения ученой степени – 2, недействительных бюллетеней – 1.

Председатель диссертационного совета

Ненашев Максим Владимирович

Секретарь диссертационного совета

Майдан Дмитрий Александрович

28 сентября 2018 г.

