

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.377.01 (Д212.217.01),  
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «САМАРСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» МИНИСТЕРСТВА  
НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 20.12.2021 г. № 6

О присуждении Шоломовой Анне Владимировне гражданке Российской Федерации ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез высокодисперсного порошка нитрида алюминия с использованием азидов натрия и галоидных солей  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{AlF}_6$ ,  $(\text{NH}_4)_3\text{AlF}_6$ » по специальности 1.3.17. Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества принята к защите 18 октября 2021 г. (протокол заседания № 5) диссертационным советом 24.2.377.01 (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 Шоломова Анна Владимировна, 27 мая 1991 года рождения, в 2014 году окончила магистратуру по направлению 150100 – Материаловедение и технологии материалов, в 2021 году окончила очную аспирантуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет». Работает специалистом по учебно-методической работе отдела аспирантуры и докторантуры в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Самарский государственный технический университет» Минобрнауки РФ.

Диссертация выполнена на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» Минобрнауки РФ.

Научный руководитель – Амосов Александр Петрович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» Минобрнауки РФ.

Официальные оппоненты: **Мостовщиков Андрей Владимирович**, д.т.н., старший научный сотрудник Научно-исследовательской лаборатории СВЧ-технологии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический

университет»; **Камынина Ольга Константиновна**, к.ф.-м.н., старший научный сотрудник Лаборатории квантовых кристаллов федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук», дали **положительные отзывы на диссертацию**.

Ведущая организация – **Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»**, г. Москва, в своем положительном отзыве, подписанном Левашовым Евгением Александровичем, д.т.н., профессором, заведующим кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий и утвержденном проректором по науке и инновациям, д.т.н., профессором Филоновым Михаилом Рудольфовичем, указала, что диссертационная работа представляет собой законченное научное исследование, в котором содержится решение задачи по разработке метода азидного СВС высокодисперсного наноразмерного и субмикронного порошка нитрида алюминия и его использования для армирования алюмоматричных композитов, имеющей важное значение для развития химической физики, в том числе физики горения и взрыва, по направлению применения процессов горения для получения керамических и металлокерамических материалов.

Соискатель имеет 30 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 30 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 4 работы.

#### **Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:**

1. Amosov, A.P. Self-Propagating High-Temperature synthesis of an Aluminum Nitride Nanopowder from a  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 + 3\text{NaN}_3 + n\text{Al}$  Powder Mixture / A.P. Amosov, Yu.V. Titova, D.A Maidan, A.V. Sholomova // Russian Journal of Inorganic Chemistry, 2016, – Vol. 61, – No. 10, – pp. 1225-1234. Амосов, А.П. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нанопорошка нитрида алюминия из смеси порошков  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 + 3\text{NaN}_3 + n\text{Al}$  / А.П. Амосов, Ю.В. Титова, Д.А. Майдан, А.В. Шоломова // Журнал Неорганической Химии. – 2016, – том 61, – № 10, – С. 1282-1291.(ВАК).

2. Titova, Y.V. Azide SHS of aluminium nitride nanopowder and its application for obtaining Al-Cu-AlN cast nanocomposite/ Y.V. Titova, A.V. Sholomova, A.A. Kuzina, D.A. Maidan, A.P. Amosov// IOP Conf. Series: Material Science and Engineering, – 156 (2016) 012037.– pp. 1-7.

3. Титова, Ю.В. Алюмоматричные композиты, армированные наночастицами AlN марки СВС-Аз / Ю.В. Титова, А.П. Амосов, Д.А. Майдан, И.Ю. Тимошкин, А.В. Шоломова // Известия Самарского научного центра РАН, 2017. – № 1 (3).– С. 523-528.

4. Шоломова, А.В. Получение нанокompозита Al-AlN на основе нанопорошка нитрида алюминия марки СВС-Аз / А.В. Шоломова, Ю.В. Титова, Д.А. Майдан, А.В. Болоцкая // Вестник Самарского государственного технического университета. Серия Технические науки, 2016. – №4. – С. 163-169.

На диссертацию и автореферат поступило 17 положительных отзывов:

**1. Отзыв ведущей организации.** Замечания: 1. В 1 главе описаны кристаллическая структура и другие свойства AlN, которые далее в работе нигде не используются. 2. Во 2 главе приводится химический состав  $K_3AlF_6$  с ошибочной ссылкой на ГОСТ 10067-80, который относится к соли калия фтористого кислотного KF·HF. 3. В 4 главе при исследовании морфологии и размера частиц конечного продукта, синтезированного из смеси « $K_3AlF_6+3NaN_3$ », показано, что частицы не являются наноразмерным, однако в заключении диссертации допущена неточность, заключающаяся в утверждении, что при использовании каждой из трех галоидных солей порошок AlN синтезируется в наноразмерном виде в двойных смесях в отсутствие энергетической добавки порошка Al. Это утверждение справедливо при использовании солей  $Na_3AlF_6$  и  $(NH_4)_3AlF_6$ . 4. В 6 главе не представлены микроструктуры полученных литых композитов составов AMg6+0,1%AlN и AMg6+1,0%AlN, а также рентгеновские дифрактограммы композитов этих составов и составов AM5-1,0%AlN и AM5-4,0%AlN. 5. Не проводились исследования по удалению примеси криолита  $Na_3AlF_6$  из целевого продукта - высокодисперсного наноразмерного и субмикронного порошка нитрида алюминия. 6. В пункте 2 практической значимости работы утверждается, что стоимость полученного методом азидного СВС с использованием рассмотренных в диссертации галоидных солей нанопорошка нитрида алюминия (в смеси с криолитом) может быть в несколько раз меньше стоимости представленного на рынке нанопорошка нитрида алюминия плазмохимического синтеза, однако доказательств этому не приводится.

**2. Отзыв официального оппонента, д.т.н. Мостовщикова А.В. (ФГАОУ ВО НИ «ТПУ»).** Замечания: 1. Возможно ли выделить чистый AlN из смеси конечных продуктов горения, содержащих гексафторалюминат натрия, фторид натрия, нитрид натрия, остаточный алюминий? 2. По результатам анализа приведенных данных в 4 главе сделан первый вывод, что наноразмерный AlN образуется только в системах «галогенид-азид натрия» в отсутствие энергетической добавки порошка алюминия в исходной смеси. С чем это может быть связано? 3. В общем выводе допущена неточность, в случае системы «гексафторалюминат калия-азид натрия», образуется не наноразмерный, а субмикронный нитрид алюминия. 4. В пятой главе в качестве общего механизма образования нитрида алюминия для каждой смеси показано уменьшение изобарно-изотермического потенциала, выделение значительного количества теплоты и дальнейший разогрев смеси, ускоряющий и упрощающий дальнейшее нитридообразование. Проводились ли автором экспериментальные измерения скорости разогрева и максимально достигнутой температуры? Такое относительно простое измерение позволило бы численно подтвердить приведенные автором диссертации теоретические расчёты хотя бы на уровне порядка получаемых величин. 5. В 6 главе отсутствуют данные о теплофизических и электрофизических свойствах полученных сплавов.

**3. Отзыв официального оппонента, к.ф.-м.н. Камыниной О.К. (ФГБУН «ИФТТ РАН»).** Замечания: 1. Проводилось ли сравнение результатов, полученных в данной диссертационной работе, с результатами предыдущих исследований? 2. Плотность литейного композита рассчитывается по формуле (2.17) (стр. 65) с учетом

второй фазы композита - карбида титана, о какой фазе и каком композите идет речь? 3. В выводах п.4 на странице 128 сказано, о размерах частиц порошка AlN, получаемых при добавлении в исходную смесь 10 и 20 молей Al. Почему отмечены именно эти составы? 4. Не приведены традиционные характеристики порошков нитрида алюминия, такие как удельная поверхность, средний размер частиц, распределение частиц по размерам. 5. Не приведены результаты рентгенофазового анализа по оценке содержания нитрида алюминия в полученном АМКМ (рис. 6.5 на стр. 145). Не указано в каких процентах (масс., ат., об.) приведено содержание нитрида алюминия в АМКМ. 6. В диссертации (стр. 14) и в автореферате (стр. 9) в личном вкладе автора говорится о результатах теоретических исследований, полученных автором самостоятельно. О каких исследованиях идет речь? 4. **Отзыв д.т.н., доцента Гуревича Л.М.** (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ»). Замечания: 1. Почему не получены охранные документы на разработанную технологию изготовления порошка. 5. **Отзыв д.т.н., профессора Алибекова С.Я.** (ФГБОУ ВО «ПГТУ»). Замечаний нет. 6. **Отзыв к.т.н., Яценко В.В.** (АО «Гипростокнефть»). Замечания: 1. В диссертации не проводились исследования по удалению примеси криолита  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ . 7. **Отзыв д.т.н., профессора Володченко А.Н.** (ФГБОУ ВО «БГТУ им. В.Г. Шухова»). Замечания: 1. Чем обусловлен выбор трех галоидных солей  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{AlF}_6$ ,  $(\text{NH}_4)_3\text{AlF}_6$ ? 2. В случае использования каждой из трех галоидных солей размер синтезируемых частиц AlN существенно возрастает, чем это можно объяснить? 8. **Отзыв д.т.н., профессора Русинова П.О.** (ФГБОУ ВО «КубГТУ»). Замечания: 1. Не приведены результаты триботехнических испытаний, полученных алюмоматричных композитов, с сопоставлением триботехнических свойств по сравнению с аналогами. 2. В чем заключалась методика выбора материалов? 3. Почему в работе использовался именно метод СВС, в чем его преимущество? 4. Как проводилась подготовка порошков перед синтезом? Оценка свойств порошков? 5. Как осуществлялось планирование эксперимента, какой метод использовался при планировании? 9. **Отзыв к.т.н., доцента Крутского Ю.Л.** (ФГБОУ ВО «НГТУ»). Замечания: 1. При добавлении порошка алюминия к смеси «гексафторалюминат натрия - азида натрия», а также к смеси «гексафторалюминат калия - азида натрия» температуры горения увеличиваются, это нужно подтвердить расчетом. 10. **Отзыв д.т.н., профессора Кузеева И.Р.** (ФГБОУ ВО «УГНТУ»). Замечания: 1. Известно, что образующиеся частицы наноразмеров стремятся к агломерации, и для предотвращения этого явления используют обволакивающие вещества. Столкнулся ли автор с таким явлением и, если да, то как происходило обособление частиц. 2. Чем обусловлены перегибы в зависимостях, представленных на рисунках 4 и 5? 11. **Отзыв к.т.н., Андриянова Д.И.** Замечаний нет. 12. **Отзыв к.т.н., Захарова Д.А.** Замечания: 1. В автореферате не приведены результаты испытаний механических свойств полученных алюмоматричных композитов. 2. Как планируется реализовывать данную технологию в промышленном масштабе? 13. **Отзыв к.т.н., Мазного А.С.** (ФГБУН «ТНЦ СО РАН»). Замечания: 1. Нет единообразия в использовании температурных шкал. 2. В автореферате не приведены микроструктуры полученных алюмоматричных композитов. 3. В 6 главе не сказано о распределении частиц армирующей фазы в объеме материалов

и о влиянии распределения на их свойства. 14. **Отзыв д.т.н., профессора Дорофеев В.Ю.** (ФГБОУ ВО «ЮРГПУ НПИ»). Замечания: 1. Не приведена морфология частиц нитрида алюминия. 2. Отсутствует информация о влиянии примеси криолита на уровень механических свойств алюмоматричных композитов. 15. **Отзыв д.т.н., доцента Ивановой В.А.** (ФГБОУ ВО «ЯГТУ»). Замечания: 1. В содержании автореферата не установлены методы получения и значения механических свойств, полученных алюмоматричных композитов. 2. В автореферате не корректно применяется термин «метод ввода» при описании экспериментальных исследований по виду введенного материала в различные расплавы, содержащего нанопорошок AlN. 16. **Отзыв к.т.н., доцента Егорова М.С.** (ФГБОУ ВО «ДГТУ»). Замечания: 1. В автореферате на рисунках 1-3 отсутствует доверительный интервал измерений. 2. В автореферате разные шкалы измерения температуры. 3. В работе отсутствуют объекты патентной области. 17. **Отзыв д.т.н., доцента Оглезневой С.А.** (ФГАОУ ВО «ПНИПУ»). Замечания: 1. В автореферате очень кратко представлено влияние солей на физико-механические свойства полученных алюмоматричных композитов. Было бы целесообразно оценить свойства материалов, полученных из консолидированных порошков AlN. 18. **Отзыв д.т.н., Зиятдинова М.Х.** (ФГАОУ ВО «НИ ТГУ»). Замечаний нет. 19. **Отзыв д.т.н., профессора Потехина Б.А.** (ФГБОУ ВО «УГЛТУ»). Замечаний нет. 20. **Отзыв д.т.н., профессора Малинина В.И.** (ФГАОУ ВО «ПНИТУ»). 1. Нет данных о статистической обработке полученных экспериментальных результатах. 2. В выводах (п.4) следовало указать количественные характеристики – «температуры горения и скорости горения увеличиваются ..., содержание примеси в продуктах горения уменьшается...». Насколько увеличиваются? Насколько уменьшаются?

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их 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 работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

**разработан** процесс синтеза для получения высокодисперсного порошка нитрида алюминия из смесей порошков «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия» и «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия – алюминий» в режиме СВС-Аз при использовании трех новых алюмосодержащих галоидных солей  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{AlF}_6$  и  $(\text{NH}_4)_3\text{AlF}_6$ ;

**установлены** закономерности горения систем и взаимосвязь микроструктурного и фазового состава продуктов синтеза с технологическими параметрами процесса СВС;

**исследовано** применение трех различных методов ввода синтезированных нанопорошков AlN в расплав алюминия и его сплавов для получения дисперсно армированных алюмоматричных композитов с максимальным содержанием армирующей фазы AlN. Новых понятий введено не было.

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

**проведен** термодинамический расчет возможности протекания СВС процесса синтеза нитрида алюминия из смесей порошков «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия» и «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия – алюминий»;

**рассчитаны** температурные зависимости изменения изобарно-изотермического потенциала возможных наиболее значимых реакций взаимодействия в системе исходных реагентов и промежуточных продуктов смеси,

**применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован** комплекс существующих базовых методов исследования, в том числе численных термодинамических расчетов и экспериментальных методик;

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

**построены** модели химической стадийности образования нитрида алюминия при горении в системах «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия – алюминий».

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

**определены** системы для синтеза высокодисперсного порошка AlN и условия процесса СВС,

**установлены** закономерности СВС высокодисперсного наноразмерного и субмикронного порошка AlN из смесей порошков «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия» и «алюмосодержащая галоидная соль – азид натрия – алюминий»;

**представлено** применение трех различных методов ввода синтезированных нанопорошков AlN в расплав алюминия и его сплавов для получения алюмоматричных композитов.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила: экспериментальные результаты** получены на современном научно-исследовательском оборудовании с использованием аттестованных методов и методик, с применением сертифицированного оборудования и современного программного обеспечения;

**теория** построена на достоверных, экспериментальных данных и согласуется с расчетными результатами;

**идея базируется** на анализе практики получения высокодисперсного порошка нитрида алюминия различными методами, в том числе методом СВС, позволяющем увеличить дисперсность синтезируемых порошков за счет использования в качестве исходных реагентов не чистых порошков азотируемых элементов, а галоидных солей, в состав которых входят это азотируемые элементы;

**использованы** методы сопоставления полученных автором теоретических и экспериментальных результатов между собой и с результатами других авторов, полученными ранее по данной тематике.

**Личный вклад соискателя состоит в:** анализе литературы, выборе реакций и исходных материалов, проведении термодинамического анализа и экспериментальных

исследований, участия в исследовании структур и составов. Обсуждение полученных результатов и подготовка публикаций выполнялись совместно с соавторами работ и научным руководителем.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

1. Какая зависимость между температурой и скоростью горения? Работает ли здесь закон Аррениуса? 2. Какие в работе использовались термопары и их размеры? 3. Чем объясняется увеличение пластичности?

Соискатель Шоломова А.В. ответила на задаваемые ей в ходе заседания вопросы и привела собственную аргументацию: 1. Закон Аррениуса справедлив только для гомогенного горения, в нашем случае наблюдается гетерогенное горение. Большое влияние на процесс оказывает не только температура, но и размеры, вид материала, диффузия и другие параметры. 2. В работе использовались вольфрам-рениевые термопары, содержащие 5 и 20 % рения, диаметром 200 мкм. 3. Для алюминиевых сплавов характерно увеличение пластичности, причина заключается в сверхмелком зерне.

На заседании 20 декабря 2021 года диссертационный совет принял, что за решение научной задачи по исследованию и разработке метода азидного СВС высокодисперсного наноразмерного и субмикронного порошка нитрида алюминия и его использования для армирования алюмоматричных композитов присудить Шоломовой Анне Владимировне ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 24 человека, из них 5 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 30 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 24, против 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель

диссертационного совета

24.2.377.01 (Д 21.02.2021.01)

 Ненашев Максим Владимирович

Ученый секретарь

диссертационного совета

24.2.377.01 (Д 21.02.2021.01)

 Майдан Дмитрий Александрович

20 декабря 2021 г.