

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Папынова Евгения Константиновича «Формирование и взаимосвязь
структурно-фазовых характеристик и свойств функциональных керамик при
искровом плазменном спекании», представленную на соискание ученой
степени доктора технических наук по специальности 2.6.17.
Материаловедение (технические науки)

Актуальность темы исследования заключается в решении важной научно-технической проблемы, лежащей на стыке современного материаловедения, различных разделов физики конденсированного состояния и инженерных наук: установлению закономерностей формирования микроструктуры, фазового состава и свойств функциональных керамик в неравновесных условиях искрового плазменного спекания (ИПС) и созданию с использованием этой технологии материалов и прототипов изделий нового поколения.

Несмотря на демонстрацию различными учеными преимуществ технологии ИПС по сравнению с традиционными технологиями спекания, подходы к получению материалов с использованием этого метода до сих пор носят сугубо эмпирический характер. Отмечу, что в настоящее время по-прежнему наблюдается существенный разрыв между лабораторными исследованиями и промышленным внедрением, который обусловлен тремя ключевыми противоречиями, которые и разрешает докторская диссертация Е.К. Папынова:

1. Противоречие между универсальностью метода и фрагментарностью знаний в области механизмов спекания материалов в неравновесных условиях. Известно, что ИПС успешно применяется для широкого круга материалов - от проводящих до диэлектриков, однако физико-химические механизмы консолидации, фазо- и структурообразования для систем разной химической природы и электрофизических свойств кардинально различаются и остаются не систематизированными. Отсутствие единой методологии прогнозирования поведения материалов в условиях ИПС является главным сдерживающим фактором для промышленной апробации данной технологии. Диссертация Е.К. Папынова предлагает комплексный подход, охватывающий пять различных классов керамик, что позволяет выявить общие и частные закономерности в процессах формирования микроструктуры, фазового состава и свойств керамических материалов.

2. Противоречие между потребностью в изделиях сложной формы и ограничениями технологии ИПС. Большинство работ по ИПС ограничивается получением простых цилиндрических образцов. Международный опыт создания функционально-градиентных материалов (ФГМ) и получению неразъемных соединений разнородных материалов (керамика-металл) с помощью ИПС единичен и не систематизирован. В работе предложены и апробированы физико-химические подходы к формированию неразъемных

соединений SiC-керамики с жаропрочными сплавами и получению ФГМ со сложным профилем, что открывает путь к практическому применению ИПС в различных отраслях машиностроения и энергетики.

3. Противоречие между жесткими эксплуатационными требованиями и отсутствием научно-обоснованных регламентов. Для каждой из рассмотренных областей (иммобилизация радионуклидов, высокотемпературные композиты, радиационная защита, биокерамика) существуют нормативы (ГОСТы, отраслевые требования), которым должны соответствовать материалы. Однако в открытой литературе практически отсутствуют работы, в которых бы на единой методологической базе проводилась комплексная оценка свойств керамик, полученных ИПС, в соответствии с этими нормативами, включая натурные испытания прототипов изделий. Данная диссертация заполняет этот пробел, доводя лабораторные разработки до технологических процессов с высоким уровнем технологической готовности, результаты реализации которых (в виде опытных образцов) успешно прошли испытания в организациях-партнерах.

Таким образом, актуальность работы обусловлена не просто интересом к перспективному методу получения керамических материалов, а необходимостью преодоления системного кризиса перехода от технологии к продукции в стратегически важных секторах экономики. Решение этой задачи требует глубоких фундаментальных знаний о процессах, происходящих при ИПС, которые и получены автором.

Общая характеристика работы

Диссертация представляет собой объемное (430 страниц) и структурно систематизированное исследование, состоящее из Введения, семи глав, Заключения, Списка опубликованных работ по теме диссертации, Списка использованных источников, Списка сокращений и обозначений, семи Приложений и Благодарностей.

Логика построения диссертационной работы выстроена от анализа литературы и выбора методологии через детальное изучение кинетики и фазообразования для пяти типов керамических систем к формированию результатов в виде технологических решений для конкретных изделий.

Особенностью работы является единство методологического подхода для всех исследованных систем. Для каждого класса керамик автор последовательно реализует схему: (1) синтез или подготовка прекерамического сырья; (2) исследование кинетики усадки и фазообразования *in situ*; (3) оптимизация режимов ИПС для достижения требуемой структуры и свойств; (4) разработка способа получения опытного изделия и его испытания. Такая системность обеспечивает высокую степень обобщения и позволяет сопоставлять поведение материалов разной природы в условиях ИПС.

Научная новизна

Наиболее существенные новые результаты, полученные автором, заключаются в следующем:

1. Впервые показано, что в одинаковых условиях ИПС высокодисперсные алюмосиликаты (цеолиты, насыщенные Cs) демонстрируют одностадийную усадку, характерную для наноразмерных систем, тогда как консолидация грубодисперсной реакционной смеси $\text{SrCO}_3\text{--TiO}_2$ протекает в три стадии, включающие перегруппировку частиц, деструкцию и твердофазный синтез, спекание. Установлено, что эти различия напрямую связаны с природой исходных порошков и их электрофизическими свойствами.

2. Изучена физико-химическая природа формирования неразъемного соединения в ФГМ SiC–металл. Автором впервые детально описан механизм, включающий миграцию Ag в пористую структуру SiC, полиморфное превращение $\alpha\text{-Ti} \rightarrow \beta\text{-Ti}$ (с образованием псевдо- α или $\alpha+\beta$ сплавов) и формирование дисперсионно-упрочненной фазы сложного карбида MoTiC_2 . Показано, что этот механизм не только обеспечивает прочность соединения, но и компенсирует разницу коэффициентов термического расширения.

3. Установлена корреляция «режим ИПС – структура – биосовместимость» для оксидной керамики. Для Ta_2O_5 впервые показано, что добавка LiF (0,1–0,4 мас.%) позволяет снизить температуру спекания на 200 °C без потери плотности (до 98,3 %) и рентгенопоглощающих свойств. Для биокерамики на основе ZrO_2 и Al_2O_3 впервые продемонстрировано, что формирование гидроксиапатита и ортофосфата кальция *in situ* в условиях ИПС обеспечивает направленную остеоинтеграцию, верифицированную на моделях *in vivo*.

4. Разработаны новые композитные системы для иммобилизации продуктов распада радионуклидов. Созданы и охарактеризованы керамики композитного состава ($\text{SrTiO}_3/\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ и $\text{SrTiO}_3/\text{Y}_2(\text{Zr}_{0,6}\text{Ti}_{0,4})_2\text{O}_{6,99}$), имитирующие совместную иммобилизацию Sr и продуктов его распада (Y, Zr). Показано, что скорость выщелачивания ионов Sr^{2+} , Y^{3+} и Zr^{4+} ($10^{-5}\text{--}10^{-6}$ г/см²·сут, что соответствует нормативным требованиям.

Теоретическая и практическая значимость

Теоретическая значимость работы состоит в создании научно обоснованных представлений о взаимосвязи между параметрами ИПС, структурно-фазовой эволюцией материалов и их конечными свойствами. Предложенные механизмы консолидации, фазообразования и формирования неразъемных соединений расширяют фундаментальные знания в области физикохимии дисперсных систем и высокоскоростного спекания.

Практическая значимость подтверждена конкретными результатами:

Предложены технологические подходы получения активных зон источников ионизирующего излучения (закрытого и открытого типа), керамометаллических функционально-градиентных композитов для узлов ГТД, радиозащитного изделия для глаз и костно-керамические имплантаты для медицинской практики, перспективные для промышленного внедрения. Кроме этого, результаты работы внедрены в учебный процесс ДВФУ при подготовке материаловедов.

Достоверность полученных результатов

Достоверность выводов обеспечена комплексным использованием современных аналитических методов (РФА, в т.ч. синхротронный *in situ*; РЭМ высокого разрешения; ТГА; дилатометрия; ААС; механические испытания; биотестирование *in vivo*), корректной статистической обработкой данных и воспроизводимостью экспериментальных результатов. Применение синхротронной дифракции позволило напрямую наблюдать фазовые превращения, исключая артефакты постобработки. Соответствие полученных характеристик (плотность, прочность, гидролитическая стойкость) нормативным требованиям и литературным данным также подтверждает обоснованность результатов.

Замечания по диссертационной работе

При общей высокой оценке работы следует высказать следующие замечания и вопросы дискуссионного характера:

1. Известно, что при ИПС происходит активное науглероживание поверхностных слоев керамических материалов, причем глубина науглероженного слоя может достигать десятков и сотен микрон. Процесс науглероживания может приводить к существенным изменениям микроструктуры, фазового состава и физико-механических свойств поверхности. Из текста диссертации остается неясно как осуществлялся контроль глубины науглероженного слоя, каким образом и на какую глубину проводилась обработка поверхности спеченных материалов.
2. Как известно, одной из отличительных особенностей технологии ИПС является возможность осуществления высокоскоростного нагрева, который сопровождается неравномерным распределением температуры в объеме спекаемого образца. В случае хрупких материалов это может приводить к возникновению внутренних напряжений и появлению микротрещин, выявление которых в керамических материалах представляет собой нетривиальную методическую задачу. Из текста диссертации остается неясным как автор проводил контроль спеченных материалов на наличие микротрещин.
3. Высокоскоростное спекание керамических материалов с малым коэффициентом температуропроводности часто сопровождается существенными отличиями плотности и параметров микроструктуры центрального и поверхностного слоев образцов. Насколько существенны были отличия данных характеристик для исследуемых материалов?
4. Из рисунка 3.45 видно, что скорость выщелачивания цезия из керамики Na-Y существенно различается для случая ее изготовления методом ИПС и горячим прессованием (при одинаковых температурах и временах спекания), при этом наиболее существенные различия в

скорости выщелачивания наблюдаются для больших времен эксперимента, а на начальных этапах испытания эти различия незначительны. Автор не комментирует причины, по которым наблюдается существенное снижение в процессе эксперимента скорости выщелачивания цезия из образцов полученных методом ИПС.

5. В диссертации продемонстрирована возможность получения лабораторного образца-демонстратора ФГМ с профилем лопатки ГТД. Из текста диссертации остается неясным каковы основные технологические барьеры при переходе к опытно-промышленной технологии изготовления таких изделий.

Высказанные замечания не имеют критического характера и не снижают высокую оценку диссертационной работы Е.К. Папынова.

Заключение

Диссертация Папынова Евгения Константиновича является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены научно обоснованные физико-химические и технологические решения проблемы получения функциональных керамических материалов и изделий с использованием искрового плазменного спекания. Совокупность полученных результатов имеет важное значение для развития материаловедения и рассмотренных в работе отраслей промышленности.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли широкую апробацию на российских и международных конференциях, опубликованы в 41 научной работе, включая 20 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК (из них 15 — в журналах Q1–Q2 по Scopus), 3 главы в монографиях и 8 патентов РФ.

По научному уровню, объему, новизне и практической значимости полученных результатов диссертационная работа полностью соответствует требованиям пп. 9–16 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции), предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор, Папынов Евгений Константинович, заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Официальный оппонент:

Нохрин Алексей Владимирович,

доктор физико-математических наук по специальности 1.3.8 Физика конденсированного состояния, старший научный сотрудник Научно-исследовательского физико-технического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего

образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского».

Тел.: +79107916842, E-mail: nokhrin@nifti.unn.ru.

Я, Нохрин Алексей Владимирович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

ПОДПИСЬ УДОСТОВЕРЯЮ
Нохрин Алексей Владимирович «05» мая 2026 г.

И.М. начальника управления кадров
ННГУ им. Н.И. Лобачевского

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского»

Почтовый адрес: 603022, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23

Тел.: +7 831 462-30-03.

E-mail: rector@unn.ru.