



Российская Федерация
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НПО Стеклопластик имени Н.Н. Трофимова»
(АО «НПО Стеклопластик»)

Россия, 141551, Московская обл.,
г.о. Солнечногорск, рп Андреевка,
к. 3А
ОКПО 18087444, ОГРН 1035008852097,
ИНН 5044000039/КПП 660850001

JSC "NPO Stekloplastic"

Russia, 141551, Moscow Region,
Solnechnogorsk, Andreevka, 3A

тел./ tel: (+7-495) 536-06-94
факс / fax: (+7-495) 653-75-00

www.npo-stekloplastic.ru

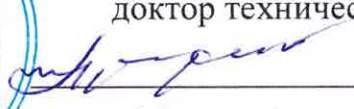
e-mail: info@npostek.ru

Исх. № _____
От _____

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
АО «НПО Стеклопластик»
доктор технических наук



 А.Н. Трофимов
«21» апреля 2025 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Князева Кирилла Андреевича на тему:
«Технологические основы формирования карбонитридокремниевых
волокон», представленную на соискание ученой степени кандидата
технических наук

по специальности 2.6.7 – Технология неорганических веществ.

Актуальность темы диссертации

Развитие энергетической отрасли отечественного машиностроения
выдвигает повышенные требования к характеристикам изделий нового
поколения и приводит к необходимости создания новых материалов,
обладающих повышенными потребительскими механическими свойствами и
сохранении их при эксплуатации в условиях высоких температур и
окислительных сред.

Значительный интерес представляют металломатричные композиционные материалы (МКМ), состоящие из пластичных металлических матриц и высокопрочных высокомодульных керамических волокнистых наполнителей. Сочетание материалов придает МКМ высокие физико-механические и теплофизические свойства – высокую удельную жесткость и прочность, электро – и теплопроводность, износостойкость.

Изготовление из них различных деталей и узлов для высокоскоростных транспортных средств, корпусных элементов различных двигательных установок, термоядерных реакторов, позволит обеспечить современные требования, предъявляемые к условиям их эксплуатации.

Материалы матриц для изготовления МКМ это легкие металлы и жаростойкие жаропрочные сплавы на основе титана, алюминия, магния, меди. Анализ изменения предела прочности от температуры титановых сплавов показал, что прочность при комнатной температуре чистого титана марки ВТ1-0 и легированного ВТ3-1 отличается более чем в два раза, но при 800 °С прочность практически одинакова для большинства титановых сплавов. В этой связи применение титановых сплавов ограничено температурой 0,5-0,6 от температуры их плавления. Аналогичная ситуация обстоит с алюминиевыми сплавами, у которых температура эксплуатации не превышает 300 °С.

В этой связи повышение прочности алюминиевых и титановых сплавов, в том числе при повышенных рабочих температурах, является одним из наиболее актуальных и перспективных направлений научно-технических разработок на сегодняшний день.

Анализ литературных данных показывает, что для повышения рабочих температур алюминиевых и титановых сплавов используют упрочнение жаропрочными и термостойкими керамическими волокнами. Задача

армирования заключается в обеспечении при деформации матричного материала нагружения высокопрочных волокон и использовании их высокого модуля и прочности.

Для армирования МКМ опробованы высокопрочные волокна углерода, бора, карбида кремния, оксидов алюминия и циркония. Наиболее легкими по весу, прочными и эффективными по использованию являются волокна из карбида кремния. Применение их позволяет увеличить интервал рабочих температур алюминиевых и титановых сплавов до 0,7-0,8 от температуры плавления.

В качестве альтернативы SiC-волокнам из-за их высокой стоимости рассматриваются другие керамические волокна, в том числе карбонитридокремниевые, химическая аббревиатура SiCN. Эти волокна обладают высокими механическими свойствами, в том числе термостойкостью. Весомым качественным показателем является гибкость нитей достаточная для текстильной переработки в волокнистые армирующие материалы.

Карбонитридокремниевые волокна, аналогично волокнам из карбида кремния, проявляют стойкость к окислению до 1400 °С. По экономическим прогнозам, производство SiCN-волокон предполагает снижение затрат по сравнению с SiC-волокнами благодаря относительно недорогим прекурсорам, и щадящим режимам синтеза. Внедрение карбонитридокремниевых волокон в конструкции из металломатричных композиционных материалов позволит повысить температуру их эксплуатации на 20 % с существенным уменьшением массы изделия, примерно на 30-40 %.

В связи с отсутствием отечественных разработок в области создания SiCN-волокон с целью частичной замены используемых в МКМ волокон SiC, возникла необходимость в разработке технологических основ создания

перспективных компонентов высокотермостойких композиционных материалов, работающих в окислительных средах под воздействием тепловых и механических нагрузок.

Таким образом, выбранная тематика диссертационного исследования Князева К.А. в области разработки технологии и внедрения отечественных керамических SiCN-волокон, а также металлических композиционных материалах на их основе является актуальной и перспективной для развития отечественных авиационной и ракетно-космической отраслей промышленности.

Основное содержание диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы. Общий объем работы составляет 135 страниц, включает 69 рисунков, 12 таблиц и список цитируемой литературы из 114 наименований.

Во введении приведена общая характеристика работы, дано обоснование актуальности выбранной темы, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна, практическая значимость, а также положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен литературный обзор, который содержит анализ мирового опыта получения керамических волокон. Рассмотрены существующие типы керамических волокон, приведены их достоинства и недостатки. Приведена сравнительная характеристика карбидокремниевых и карбонитридокремниевых волокон. Определен основной прекурсор для производства SiCN волокон – кремнийорганический полимер класса силазанов. Рассмотрены способы формования (экструзии) волокон. Рассмотрены различные способы «сшивки» полимерного волокна: электронная, окислительная в атмосфере воздуха, галогенов. Отмечены

достоинства и недостатки методов. По результатам анализа литературы сформулированы выводы.

Во второй главе приведено описание исходных материалов и их характеристик, оборудования, применяемого для получения волокон и их исследований, а также методик, используемых в экспериментах.

Третья глава посвящена моделированию формообразования полисилазанового волокна из фильеры. На основе анализа результатов моделирования установлено, что теоретические расчеты формы и диаметра поперечного полисилазанового волокна с применением модели с достаточной точностью соответствуют практическим результатам.

Четвертая глава посвящена разработке и изготовлению опытной установки формования полимерных полисилазановых волокон, исследованию зависимостей параметров процесса получения SiCN-волокон. Разработана и изготовлена опытная установка расплавного формования полимерных волокон. Проведено моделирование тепловых потоков в подфильерной сушильной камере установки формования. В работе использованы кислородный и электронный методы сшивки волокон. Автором установлено, в интервале температур от 120 до 150 °C происходит наиболее активная окислительная сшивка полисилазанового волокна. Нити, термостабилизированные при температуре от 200 до 300 °C имели наиболее высокий процент сшивки (95 %), а для окисления волокон на воздухе при комнатной температуре необходимо от 24 до 72 часов в зависимости от состава прекурсора и степени необходимой сшивки.

В пятой главе проводится исследование свойств изготовленных образцов SiCN волокон. Автором установлено, что волокна, термообработанные при 1200 °C и 1300 °C, имели большую прочность на растяжение, чем обработанные при 1400 °C и 1500 °C. В результате сшивки

на воздухе получены образцы SiCN волокон с прочностью от 1200 до 1450 МПа, диаметром 14-18 мкм и средним содержанием кислорода 27 ат.%. В результате электронной сшивки получены образцы SiCN волокон с прочностью от 1186 до 1270 МПа, диаметром 13-19 мкм и средним содержанием кислорода 7 ат.%.

В заключении приведены основные результаты и сформулированы выводы.

Разработаны технологические основы производства высокопрочных керамических SiCN-волокон, обеспечивающие их применение в новых материалах.

Разработана и изготовлена опытная установка расплавного формования полимерных полисилазановых волокон производительность до 1 кг/час.

Впервые проведено моделирование течения расплава полисилазана из фильеры в процессе формования. Составлена математическая модель, описывающая формообразование расплава полисилазана. Определены зависимости диаметра волокна от интенсивности понижения температуры расплава по высоте.

Определена зависимость диаметра волокна, прочности и содержания кислорода от температуры пиролиза полисилазанового волокна. Получены образцы SiCN-волокон с прочностью на растяжение до 1450 МПа и диаметром 16 ± 2 мкм.

Испытания полученных образцов волокон показали, что при температурных условиях формирования металлических матриц из титана и алюминия, волокна всех типов отверждения сохраняют свои свойства. Это позволяет прогнозировать успешное применение полученных SiCN-волокон в качестве армирующих компонентов металлических композиционных материалов.

С помощью метода множественной регрессии впервые получена зависимость прочности SiCN-волокон от таких технологических факторов, как диаметр волокна, температура расплава полисилазана и финальная температура пиролиза волокна. Разработаны рекомендации по технологическим режимам изготовления текстилепригодных керамических SiCN-волокон на основе существующих отечественных прекурсоров, с прочностью более 1500 МПа.

Разработан комплект технологической документации: технические условия на волокно SiCN марки «КВ-1» (ТУ № 20.6013-815-56897835), технологический процесс изготовления керамических SiCN-волокон. Полученные SiCN-волокна внедрены в производство композиционных материалов АО «Композит».

Научная новизна результатов исследования

1. Впервые на основе анализа результатов математического моделирования определены условия структурообразования волокна из расплава полисилазана, воспроизводимые в реальном эксперименте.
2. Впервые получены образцы высокопрочных керамических SiCN волокон и определены зависимости влияния параметров процесса получения на их свойства.
3. Установлена математическая зависимость прочности керамических SiCN волокон от основных параметров процесса их получения.
4. Впервые разработаны технологические основы производства SiCN волокон.

Практическая значимость результатов исследования

1. Создана опытная установка расплавного формования полисилазановых волокон.

2. Разработан технологический процесс изготовления керамических SiCN-волокон в АО «Композит».

3. Разработаны технические условия на волокно SiCN марки «КВ-1» ТУ № 20.6013-815-56897835.

4. SiCN-волокна внедрены в производство новых материалов АО «Композит».

Достоверность полученных результатов исследования

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, применением математических методов обработки результатов, значительным количеством экспериментальных данных, использованием современных методов исследования (растровая электронная микроскопия, дифференциальный термический анализ, оптическая микроскопия, вискозиметрия), согласованием результатов теоретических исследований с полученными экспериментальными данными, выполненными в АО «Композит».

Личный вклад автора

Автор лично участвовал в проведении исследований по контролю свойств волокнообразующего полисилазана, разработке методики степени отверждения прекурсора и полимерного волокна, в разработке и изготовлении лабораторной и опытной установок расплавного формования полимерных волокон, в отработке режимов и изготовлении образцов полимерных волокон из расплава, в отработке режимов окислительного и электронного отверждения полимерных волокон, в отработке режимов высокотемпературной обработки и получении образцов керамических SiCN-волокон, в исследованиях полученных образцов SiCN-волокон, в выводе математической зависимости прочности SiCN-волокон от основных технологических параметров их

получения, в разработке рекомендаций по диапазонам технологических режимов изготовления SiCN-волокон, в формулировке выводов диссертации, в написании публикаций по теме диссертации, в выступлениях на конференциях.

Апробация полученных результатов исследования и публикации

По результатам диссертационной работы опубликовано 11 научных работ: 4 статьи в изданиях, входящих в перечень, рекомендуемых ВАК, 1 патент на изобретение и 6 тезисов докладов.

Замечания по диссертационной работе

1. Не приведены результаты рентгенофазового анализа полученных SiCN-волокон. Какова их структура?
2. Не обсуждено влияние модифицирующих добавок в рецептуру полисилазана на физико-механические характеристики SiCN-волокон?
3. Исследовалась ли температура работоспособности полученных SiCN-волокон в окислительной среде? Какие результаты?

Одновременно с этим, отмеченные замечания носят локальный характер и не снижают результаты и общую значимость диссертационной работы.

Автореферат в целом соответствует содержанию диссертации.

Полученные результаты могут быть рекомендованы к использованию в ПАО «ОДК-УМПО», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, РХТУ им. Д.И. Менделеева, АО «Юматекс», АО «ЦНИИСМ», АО «ВНИИНМ».

Таким образом, диссертационная работа Князева К.А. на тему «Технологические основы формирования карбонитридокремниевых волокон» полностью соответствует требованиям пп.9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 (в действующей редакции), предъявляемым к кандидатским диссертациям, и паспорту

заявленной специальности 2.6.7 – Технология неорганических веществ.
Автор диссертационной работы Князев Кирилл Андреевич заслуживает
присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.7 – Технология неорганических веществ.

Отзыв на диссертационную работу К.А. Князева на тему
«Технологические основы формирования карбонитридокремниевых волокон»
заслушан и утвержден на заседании Ученого совета АО «НПО
Стеклопластик», протокол № 2 от 21 апреля 2025 года.

Ученый секретарь

АО «НПО Стеклопластик»

доктор технических наук



Демина Наталья Михайловна

141551, Московская область, Солнечногорский район,

РП Андреевка, к. 3А

Акционерное общество «НПО Стеклопластик имени Н.Н. Трофимова»

(АО «НПО Стеклопластик»)

Телефон: + 7(495)536-06-94

Электронная почта: info@npostek.ru

Подпись Д.Т. Деминой Н.М. заверяю,

Начальник отдела кадров



Петрухненко Т.В.