



Акционерное общество «КОМПОЗИТ»



Пионерская ул., д. 4, г. Королёв, Московская область,
Россия, 141070
Телеграф БЕРЕЗА

тел. (495) 513-20-28, 513-23-29
канцелярия 513-22-56, факс (495) 516-06-17
e-mail: info@kompozit-mv.ru

ОКПО 56897835, ОГРН 1025002045813, ИНН / КПП 5018078448 / 501801001

исх. № _____

«УТВЕРЖДАЮ»

на № _____ от _____

Генеральный директор

АО «Композит», д-р. техн. наук



А.Г. Береснев

2026 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Бубнёнкова Богдана Борисовича на тему:

«Разработка технологии селективного лазерного спекания тонкостенных и сложнопрофильных изделий из карбида кремния», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертации

Карбид кремния (SiC) является одним из наиболее перспективных конструкционных материалов современной инженерии, обладающим уникальным сочетанием высокой твёрдости, теплопроводности, химической стойкости, жаростойкости, радиационной стойкости, низкого коэффициента термического расширения и низкой удельной массы. Данные свойства обуславливают его широкое применение в атомной энергетике, аэрокосмической отрасли, лазерной технике и других отраслях. Однако широкое внедрение SiC-изделий сдерживается технологическими ограничениями: традиционные методы формования (горячее прессование и его вариации, а также методы, использующие полимер в качестве связующего – полимерные АТ и шликерное литье) с последующей механической обработкой практически не позволяют получать тонкостенные и сложнопрофильные изделия – с внутренними полостями, криволинейными поверхностями и развитой

ребристой структурой. Причина кроется в сложности изготовления оснастки для производства изделий стандартными методами, в усадке и короблении при спекании (в случае использования полимера), а также в низкой трещиностойкости материала и крайне высокой трудоёмкости механической обработки сверхтвёрдого SiC алмазным инструментом.

В связи с этим особую актуальность приобретают аддитивные технологии, и, в частности, метод селективного лазерного спекания (СЛС), который благодаря послойному синтезу открывает принципиально новые возможности для формирования изделий высокого уровня сложности без использования дорогостоящей оснастки с высокой точностью и минимальной последующей механической обработкой. Однако применение СЛС для карбида кремния сопряжено с серьёзными научно-техническими вызовами: склонность SiC к диссоциации при высокотемпературном локальном лазерном воздействии и перегреве материала, необходимость управления тепловыми полями для предотвращения диссоциации и растрескивания в тонких сечениях, а также для обеспечения однородности свойств получаемых изделий. Ранее полагалось, что краткосрочное лазерное воздействие не позволит реализовать спекание частиц карбида кремния из-за физической природы данного соединения, исключающей плавление и требующей длительного нагрева для твердофазной диффузии.

Актуальность диссертационной работы определяется востребованностью эффективной технологии производства сложнопрофильных и тонкостенных изделий из карбида кремния, необходимостью детальных исследований механизма спекания порошка SiC в условиях краткосрочного лазерного воздействия, оптимизации режимов СЛС и разработки научно обоснованных методов постобработки для уплотнения структуры получаемых заготовок. Актуальность работы подтверждается выполнением исследований в рамках комплексной научной программы Госкорпорации «Росатом» по договорам № 227/4900-Д/220693.3810000 от 26.10.2022 и № 227/6707-Д/240090.11.КО.000 от 13.05.2024.

Научная новизна

1. Установлен механизм спекания изделий из карбида кремния в среде аргона при Yb-лазерном воздействии ($\lambda = 1070$ нм), заключающийся в увеличении межчастичных контактов за счёт диссоциации SiC в поверхностном слое частиц, образования кремниевого расплава и последующей кристаллизации на их поверхности двухслойной структуры, толщина которой линейно зависит от плотности энергии лазерного излучения в интервале $E = 60\text{--}150$ Дж/мм³. Поверхностный слой толщиной до 1 мкм состоит из кристаллической матрицы кремния, армированной нанозернами SiC (40–60 нм), а подслой (3–5 мкм) – из

аморфного и кристаллического кремния с частицами графитизированного углерода (0,3–0,8 мкм).

2. Обнаружена экстремальная зависимость относительной плотности СЛС-заготовок от плотности энергии лазерного излучения, заключающаяся в достижении максимального значения $\rho = 87\%$ при $E = 90 \pm 10$ Дж/мм³, что позволяет управлять плотностью в интервале 40–87 %. При $E \geq 130$ Дж/мм³ вследствие интенсивной диссоциации SiC образуются расслойные трещины, а ниже 60 Дж/мм³ не происходит спекания порошка.

3. Показано, что при формировании окончательной структуры изделий на этапе силицирования СЛС-заготовок, прошедших цикл пироуглеродного насыщения, в качестве источника углерода наряду с пироуглеродом выступают частицы графитизированного углерода размером 0,3–0,8 мкм, образующиеся в результате диссоциации карбида кремния при СЛС. Это позволило при относительной плотности изделия 99,8 % увеличить объёмную долю SiC до 35 %.

Практическая значимость работы

1. Найдены оптимальные режимы селективного лазерного спекания при получении изделий на основе карбида кремния, в том числе крупногабаритных – до 950 мм. Разработаны и зарегистрированы технологические инструкции: №006.002.11-0012-2022 «Селективное лазерное спекание карбидокремниевых материалов» и №013.010.11-0008-2024 «Изготовление макета целевого изделия с применением опытного образца установки СЛС».

2. Разработана технология получения крупногабаритных изделий сложной формы из карбида кремния, основанная на сочетании СЛС с трёхстадийной постобработкой, включающей пропитку СЛС-заготовки высокоуглеродсодержащим полимером, пиролиз полимера (карбонизацию) и силицирование карбонизированной заготовки. В реестре ГНЦ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» зарегистрировано ноу-хау №182-КТ от 25.12.2024 г. на производство макета тонкостенного крупногабаритного (950 мм) изделия оптического назначения.

3. На основе разработанных рекомендаций изготовлена специализированная установка «MeltMaster3D-1000» с 8-лазерной лазерно-оптической системой сканирования и размерами рабочей зоны 1000 × 1000 × 300 мм, предназначенная для производства сложнопрофильных и тонкостенных изделий из карбида кремния.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, общих выводов, списка использованной литературы из 161 наименования и 4 приложений. Диссертация содержит 198 страниц, 23 таблицы и 76 рисунков.

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цель и основные задачи исследования, отражены научная новизна и практическая значимость работы.

Первая глава содержит аналитический обзор научно-технической литературы, в котором рассмотрены свойства карбида кремния, стандартные технологии его получения и формования изделий, а также проанализирован опыт применения аддитивных технологий (SLA, BJ, DIW, SLS) для керамических материалов и SiC в частности. Проведённый анализ показал, что метод СЛС является наиболее перспективным для изготовления изделий из SiC с точки зрения отсутствия ограничений по получаемой геометрии и возможности использования исходного порошка без полимерного связующего.

Вторая глава посвящена описанию исходных материалов, технологического и аналитического оборудования и методик исследований. Описаны установки СЛС MeltMaster3D-160 и MeltMaster3D-1000, а также методики постобработки (пропитка полимером-прекурсором, пиролиз, силицирование) и методы контроля плотности, микроструктуры, фазового состава, теплофизических и механических свойств.

В третьей главе представлены результаты по выбору исходных материалов, расчёту начальной матрицы технологических параметров и определению механизма спекания порошка SiC в процессе СЛС. В качестве исходных материалов рассмотрены порошки карбида кремния марок F280, F320, F360, F1000 и гранулированный SiC. По результатам оценки технологических свойств для дальнейшего использования выбраны порошки F280 и F320, поскольку они обеспечивали требуемую формуемость порошкового слоя и были коммерчески доступны в требуемых объемах. На основе расчётов показано, что для SiC требуется в ~6 раз меньшая плотность энергии, чем для Al_2O_3 . Методами РЭМ, ПЭМ и ЭДС анализа установлен механизм спекания, заключающийся в диссоциации SiC в поверхностном слое частиц с образованием двухслойной структуры на основе кремния. Проведена оптимизация технологических параметров СЛС, в результате которой определены оптимальные значения: плотность энергии 80–100 Дж/мм³, шаг сканирования 60 мкм, высота слоя 30 мкм, обеспечивающие плотность СЛС-заготовок до 87 %.

Четвёртая глава посвящена исследованию и оптимизации технологических параметров методов постобработки СЛС-заготовок. Разработана комплексная технология постобработки, включающая пироуглеродное уплотнение (PIP -- пропитка прекурсором и пиролиз) и жидкофазное силицирование (LSI). Установлено, что для образцов с высотой

слоя 30 мкм достаточно 2–3 циклов пироуглеродного уплотнения, а для высоты 50 мкм – 4–5 циклов. Показано, что разработанные режимы постобработки обеспечивают получение изделий из SiC сложной формы с плотностью до 3,05 г/см³, пористостью до 0,2 %, теплопроводностью 135 Вт/(м·К), что сопоставимо со свойствами изделий, полученных по стандартным технологиям. Представлены примеры изготовленных сложнопрофильных изделий, в том числе фрагмент целевого изделия оптического назначения с ребрами охлаждения.

Завершают диссертационную работу общие выводы, позволяющие объективно оценить высокую значимость проведённых исследований.

Достоверность полученных результатов

Достоверность результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным объёмом экспериментальных данных, применением статистических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с существующими промышленными методами изготовления изделий.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации

Диссертационная работа Бубнёнкова Б.Б. выполнена на высоком научном уровне. Полученные результаты обладают научной новизной и имеют большое практическое значение.

К достоинствам работы следует отнести:

- комплексный подход, сочетающий фундаментальные исследования механизма лазерного спекания с разработкой практической технологии и созданием специализированного оборудования;
- детальное изучение механизма спекания SiC с использованием современных методов ПЭМ высокого разрешения;
- разработку оригинальной трёхстадийной постобработки, позволяющей достичь плотности изделий, сопоставимой с изделиями традиционных технологий.

К замечаниям по содержанию диссертации следует отнести следующее:

1. В работе создана установка «MeltMaster3D-1000» с рабочей зоной 1000×1000×300 мм и заявлена возможность изготовления изделий диаметром до 950 мм. Однако в диссертации отсутствуют результаты экспериментальной отработки процесса СЛС для изделий таких габаритов. Переход от лабораторных образцов к полноразмерным крупногабаритным изделиям сопряжён с рядом технологических сложностей

(неравномерность нагрева, управление диссоциацией SiC на больших площадях, организация многослойного сканирования, обеспечение однородности свойств по объёму, термические напряжения, пост-обработка крупногабаритных заготовок), требующих отдельного исследования, которое не вошло в рамки данной работы.

2. Автор обоснованно выбрал порошки F280 и F320 как наиболее технологичные, однако в работе отсутствует систематический анализ влияния различной морфологии частиц (пластинчатой, округлой, угловатой) на механизм формирования шеек спекания и кинетику уплотнения, что могло бы дать дополнительные возможности для управления структурой и плотностью СЛС-заготовок.

3. Для многих ответственных применений (герметичные оболочки, теплообменники, газотурбинные лопатки) критична не столько общая пористость, сколько именно открытая (сквозная) пористость, определяющая газопроницаемость и герметичность изделий. В работе приведены значения общей пористости (до 0,2 %), но отсутствуют данные об открытой пористости и её влиянии на эксплуатационные характеристики.

4. Разработанная технология и специализированная установка требуют значительных инвестиций, однако в работе не приведена приблизительная сравнительная оценка стоимости изготовления сложнопрофильного изделия методом СЛС (с учётом всех стадий постобработки) и традиционным способом (горячее прессование с механообработкой). При этом остаётся не раскрытым в количественном выражении основной технологический эффект от перехода на аддитивное производство таких деталей. Такая оценка усилила бы практическую значимость результатов работы.

Отмеченные замечания не влияют на общую положительную оценку работы Бубнёнова Б.Б. и не снижают теоретической и практической значимости диссертационного исследования.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты диссертационной работы представляют интерес для специалистов в области порошковой металлургии, аддитивных технологий и материаловедения керамических материалов. Разработанная технология может быть использована в организациях и на предприятиях атомной, аэрокосмической и оптической промышленности, в том числе в Госкорпорации «Росатом», АО «НПО «ЦНИИТМАШ», АО «НИИ НПО «ЛУЧ» и других организациях, занимающихся производством сложнопрофильных изделий из карбида кремния.

Заключение

Диссертационная работа Бубнёнкова Богдана Борисовича представляет собой законченное научное исследование, содержащее решение актуальной научно-практической задачи в области порошковой металлургии и аддитивных технологий – разработку технологии селективного лазерного спекания тонкостенных и сложнопрофильных изделий из карбида кремния. В работе решён ряд важных задач: установлен механизм спекания порошка SiC при лазерном воздействии, определены оптимальные параметры СЛС, разработана комплексная технология постобработки, позволяющая достичь плотности изделий до 99,8 %, создана специализированная СЛС-установка для производства крупногабаритных изделий.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 8 научных работах, в том числе в 2 статьях в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Scopus и Web of Science, а также в 1 ноу-хау.

Диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, в том числе пп. 9–14 «Положения о порядке присуждения учёных степеней», утверждённого Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842. Диссертация является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи разработки технологии получения тонкостенных и сложнопрофильных изделий из карбида кремния методом селективного лазерного спекания с последующей постобработкой. Автор диссертации, Бубнёнков Богдан Борисович, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Отзыв составлен на основании анализа диссертации, автореферата, публикаций Бубнёнкова Б.Б., обсуждения презентации доклада Бубнёнкова Б.Б. на заседании научно-технического совета АО «Композит», протокол №196 от 07.05.2026.

Председатель Секции

«Металлические материалы» НТС,

Заместитель генерального директора, к.т.н.

 М.С. Гусаков

Ученый секретарь Секции

«Металлические материалы» НТС,

Начальник сектора, к.т.н.

 Ф.А. Басков

АО «Композит»

Адрес: 141070, Россия, Московская область, г. Королёв, Пионерская, 4

Телефон: +7 (495) 513-20-28. Адрес электронной почты: info@kompozit-mv.ru.