

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.05.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева  
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета  
от 29.09.2020 г. № 2

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Спешилову Ивану Олеговичу, представившего диссертационную работу на тему «Разработка процессов химической металлизации высокопористых керамических материалов для катализаторов», по научным специальностям 05.17.03 Технология электрохимических процессов и защита от коррозии, 05.16.09 Материаловедение, принята к защите 26 июня 2020 г., протокол № 1 диссертационным советом РХТУ.05.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 18 человек приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 94 ОД от 23 декабря 2019 г.

В состав диссертационного совета дополнительно введены 6 человек, приказ о внесении изменений в состав диссертационного совета №364-А от 14 июля 2020 г.

Соискатель Спешилев Иван Олегович 1992 года рождения, в 2014 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (далее- РХТУ им. Д.И. Менделеева), диплом серия 107718 номер 0170852.

В 2018 году окончил аспирантуру РХТУ им. Д.И. Менделеева, диплом серия 107731 номер 0177719.

Соискатель работает инженером-технологом в АО «НПО Энергомаш им. академика В.П. Глушко».

Диссертация выполнена на кафедре «Инновационных материалов и защиты от коррозии» РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Научный руководитель заведующий кафедрой «Инновационных материалов и защиты от коррозии» РХТУ им. Д.И. Менделеева доктор технических наук, профессор Ваграмян Тигран Ашотович.

Официальные оппоненты:

- доктор химических наук, профессор Гамбург Юлий Давидович ведущий научный сотрудник лаборатории строения поверхностных слоёв ФГБУН «Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)»;

- кандидат технических наук, Одиноква Ирина Вячеславовна доцент кафедры «Детали машин и теория механизмов» ФГБОУ ВО «Московский автомобильнодорожный государственный технический университет».

Ведущая организация:

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Ярославский государственный технический университет».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 9 научных работах (общим объемом 24 стр.), опубликованных соискателем, в том числе в 2 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных, и в 2 публикациях в рецензируемых изданиях.

В публикациях по теме диссертационной работы представлены исследования закономерностей получения керамических материалов на основе оксида алюминия с эвтектической спекающей добавкой, способа предварительной подготовки их поверхности, а также процессы химического серебрения керамической поверхности.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Speshilov I.O., Vartanyan M.A., Makarov N.A., Grunskii V.N., Abrashov A.A., Vagramyan T.A. Chemical silvering of ceramic dielectrics based on aluminum oxide // Glass and Ceramics, 2016, T. 72, № 11, pp. 451-453.

2. Speshilov I.O., Vartanyan M.A., Vagramyan T.A., Mal'yanova T.O., Kolesnikov V.A., Woo Z.Y.M. Surface preparation of ceramic materials for chemical silvering // Glass and Ceramics, 2017, T. 74, № 1-2, pp. 60-63.

3. Калинин А.А., Аснис Н.А., Спешилов И.О., Ваграмян Т.А. Анализ причин разложения и утилизации цианидных электролитов серебрения // Гальванотехника и обработка поверхности. 2016. Том 24. №3. С. 39-45.

4. Спешилов И.О., Лазарев П.Ю., Ваграмян Т.А. Исследование процесса химического серебрения диэлектрических материалов на основе углепластика // Гальванотехника и обработка поверхности. 2017. Том 25. №4. С. 44-48.

Опубликовано 5 научных работ на российских и международных конференциях.

Получен патент «Композиция для химического серебрения керамических материалов»: пат. RU 2 644 462 С1, заявл. 20.06.2017, опубл. 12.02.2018, бюллетень № 5.

Все работы опубликованы в соавторстве. Личный вклад автора составляет не менее 80%, заключается в непосредственном участии в планировании работ, проведении экспериментов, анализе и обсуждении полученных результатов, написании работ.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Ведущей организации, **ФГБОУ ВО «Ярославский государственный технический университет»**.

Отзыв положительный, отмечается, что исследования в области процессов химической металлизации высокопористых керамических материалов для катализаторов являются актуальными и перспективными.

Присутствуют замечания по работе:

1. В диссертационной работе отсутствует информация по утилизации или регенерации отработанных растворов химической металлизации.

2. 35% использованных литературных источников в работе до 2000 года издания, менее 10% составляют ссылки на зарубежные современные издания.

3. Желательно было бы рассмотреть влияние капиллярных явлений, возникающих в порах ВПЯМ, на химическую металлизацию.

Однако указанные недостатки носят частный характер и не уменьшают ценности работы в целом.

Заключение по работе положительное. Диссертация представляет собой завершённое исследование, является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача по разработке технологических процессов и составов растворов химической металлизации ВПЯМ для катализаторов.

2. Официального оппонента, д.х.н., проф. **Гамбург Юлий Давидович**, ведущий научный сотрудник лаборатории строения поверхностных слоёв ФГБУН «Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)».

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость работы, достоверность полученных данных, общий обзор работы.

По диссертационной работе и автореферату имеются следующие замечания:

1. Не совсем ясно, почему диссертант отказался от применения в растворах никелирования органических кислот, которые, как известно, сильно интенсифицируют процесс.

2. В обзоре литературы сравнительно мало отражены зарубежные публикации

(немногим более 10% от общего числа); в одной из них есть опечатка: Т. А. Ваграмян назван Баграмяном (есть и другие опечатки, правда, немногочисленные).

3. В выводе № 1 констатируется, что скорость потока раствора влияет на равномерность распределения осадка, но ничего не говорится ни о характере этого влияния, ни о порядке величины скорости. Вообще эта зависимость в целом изучена, на наш взгляд, недостаточно.

4. В выводе № 7 говорится о высокой каталитической активности (в отношении конверсии СО до углекислого газа) медных и никелевых покрытий, однако приведенные рисунки, скорее говорят о том, что эта активность много ниже по сравнению с покрытиями из кобальта (не говоря уже о палладию).

Таким образом, можно сделать заключение, что диссертационная работа И. О. Спешилова представляет собой законченное исследование, вносящее существенный вклад в технику получения адсорбционных и каталитических высокопористых керамических материалов и материаловедение таких объектов (специальность 05.16.09). Безусловно можно говорить и о вкладе в электрохимическую технологию (05.17.03), поскольку большая часть изученных процессов металлизации имеет электрохимическую природу.

3. Официального оппонента к.т.н., **Одиноква Ирина Вячеславовна** доцент кафедры «Детали машин и теория механизмов» ФГБОУ ВО «Московский автомобильнодорожный государственный технический университет».

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость работы, достоверность полученных данных, общий обзор работы.

По диссертационной работе и автореферату имеются следующие замечания:

1. В разделе 2.3.5 при выборе режимов нанесения нитрата церия не указаны временные характеристики процесса.

2. При вычислении времени контакта не заданы граничные условия применения формулы, единицы измерения не ясны (стр. 55 диссертации.)

3. Не ясно внесен ли в Госреестр СИ контрольно-исследовательский стенд «Йодстенд-1», в работе указано, что он аттестован.

4. Некорректная подпись рисунков - введены сокращения Пв и Пк - в списке обозначений они отсутствуют.

5. Рассмотрено влияние органических растворителей на качество осаждаемых покрытий, но нет объяснения механизма воздействия уайт-спирита на керамические поверхности, выбранного для интенсификации процесса.

6. Методика измерения адгезии покрытий химически металлизированных образцов не приведена.

7. Линейная скорость течения раствора внутри ВПЯМ в разных размерностях в автореферате 0, 8см/с (стр.10) и 0, 8мм/с (стр.97) диссертации, вероятно это технический сбой.

8. В таблице 6.2.2. (стр. 113) соискателем даны характеристики разработанного раствора никелирования, но при этом режимы эксплуатации и состав отличается от того, что представлено на рис. 6.2.6-6.2.8.

9. В работе имеются технические ошибки (опечатки).

Заключение по работе положительное. Диссертационная работа «Разработка процессов химической металлизации высокопористых керамических материалов для катализаторов», представляет собой законченное исследование, является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача по разработке технологических процессов и составов растворов химической металлизации ВПЯМ для катализаторов. В диссертационной работе определены режимы спекания корундовой керамики, способы подготовки керамической поверхности к металлизации, растворы

химической металлизации, способы повышения каталитической активности и срока службы кобальтового покрытия с применением оксида церия.

4. Заместителя главного металлурга **Коровкина Андрея Викторовича** и главного специалиста, к.т.н. **Атлановой Азы Федоровны** «НПО Энергомаш им. академика В.П. Глушко»

В отзыве на автореферат отмечается актуальность темы, научная новизна, отмечается, что в работе успешно решены все поставленные в работе задачи.

Указано, что в работе имеется ряд опечаток: на стр. 8 в слове «гипофосфит» и «в отличие», на стр. 12 в слове «меднения», на стр. 13 в слове «медненном».

5. Кандидата технических наук, доцента, доцента кафедры химии МГТУ им. Н.Э. Баумана **Болдырева Вениамина Станиславовича**.

В отзыве на автореферат отмечается актуальность темы, указано, что автором решена задача, имеющая практическое значение.

В качестве недостатков отмечается, что автор не всегда четко выделял допустимые диапазоны, в которых могут работать предлагаемые составы. Основные результаты по процессам предварительной подготовки, составу электролитов для нанесения покрытий и шлифы металлизированных ВПЯМ представлены в автореферате лишь для процесса серебрения.

6. Кандидата технических наук, заместителя главного технолога – начальника отдела главного технолога, АО «НИЦЭВТ» **Гиринова Олега Сергеевича**.

Отмечается актуальность темы, научная новизна проделанной работы. В числе недостатков отмечается, что автор не приводит никаких экономических показателей в пользу более высокой эффективности разработанных им процессов. Отсутствуют данные о ресурсе разработанных растворов и возможности их корректирования в ходе эксплуатации.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается сферой их научных интересов, работами, опубликованными по схожим с диссертацией темам, а также высоким уровнем компетенции в вопросах, затрагиваемых в диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

впервые в России изучен процесс металлизации высокопористых керамических материалов химическим способом;

предложен способ исследования равномерности распределения металла в объеме высокопористых керамических материалов с помощью поперечных шлифов и разработана методика их получения;

разработаны условия термообработки высокопористых керамических материалов и методы их последующей обработки, обеспечивающие получение прочно связанных с керамическими материалами металлических покрытий в исследованных электролитах. Показано для применяемого автором состава шликера наилучшим является температурная обработка в районе 1450°C с последующей обработкой в органическом обезжиривателе.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

установлены основные корреляции между условиями проведения процесса получения керамических материалов и предварительной подготовки их поверхности на каталитическую активность металлизированных керамических ВПЯМ;

исследовано на шлифах влияние линейной скорости потока растворов химической металлизации через ВПЯМ на равномерность распределения осадка металла внутри ВПЯМ.

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

выявлено, что обработка поверхности корундовой керамики в органических растворителях приводит к увеличению скорости ее последующей металлизации;

разработан процесс получения металлизированных ВПЯМ с высокой каталитической

активностью для разложения озона с использованием раствора высокоскоростного химического серебрения, содержащего в качестве лиганда оксиэтилидендифосфоновую кислоту, на который получен патент на изобретение;

разработаны процессы получения металлизированных ВПЯМ с высокой каталитической активностью для конверсии CO до CO<sub>2</sub> путем химического осаждения на их поверхность меди, никеля и кобальта.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

экспериментальные данные получены на современном сертифицированном оборудовании, с использованием современных химических и физико-химических методов анализа, а также методик проведения экспериментальных исследований;

показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

теоретические представления об исследуемых процессах построены на известных проверяемых данных;

выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнений и согласуются с современными представлениями о процессах химической металлизации диэлектрических материалов.

Личный вклад соискателя состоит в планировании и постановке экспериментов, исследовании всех стадий предварительной подготовки поверхности, проведении экспериментов по разработке составов растворов металлизации, получении керамических материалов и подготовке образцов для физических и физико-химических исследований, интерпретации полученных результатов.

По своему содержанию диссертация отвечает паспорту специальности 05.17.03 Технология электрохимических процессов и защита от коррозии в части пунктов: 3. Электрохимические, химические и физические методы нанесения металлических, неметаллических и комбинированных покрытий и гальванопластика; 4. Электрохимические, химические, физические и комбинированные методы обработки поверхности материалов и пунктам паспорта специальности 05.16.09 Материаловедение: 6. Разработка и совершенствование методов исследований и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств материалов на образцах и изделиях; 10. Разработка покрытий различного назначения (упрочняющих, износостойких и других) и методов управления их качеством.

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, в которой решена важная задача по разработке технологических процессов и составов растворов химической металлизации ВПЯМ для катализаторов. В диссертационной работе определены режимы спекания корундовой керамики, способы подготовки керамической поверхности к металлизации, растворы химической металлизации, способы повышения каталитической активности и срока службы кобальтового покрытия с применением оксида церия.

По актуальности, новизне, практической значимости диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева 14 ноября 2019 г. № 82 ОД.

На заседании диссертационного совета РХТУ.05.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева 29 сентября 2020, принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Спешилову Ивану Олеговичу.

Присутствовало на заседании 18 членов диссертационного совета, в том числе в режиме видеоконференции 4.

Присутствовало докторов наук по научным специальностям защищаемой диссертации:

05.17.03 Технология электрохимических процессов и защита от коррозии – 8 человек,  
05.16.09 Материаловедение (химические технологии) - 6 человек.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения  
ученой степени проголосовали:

Результаты тайного голосования:

«за» - 12,  
«против» - 1,  
недействительные бюллетени - 0.

Проголосовала 4 члена диссертационного совета, присутствующих на заседании в режиме  
видеоконференции:

«за» - 4,  
«против»- 0,  
«воздержались» - 0.

Председатель диссертационного совета

д.т.н., проф. Колесников В.А.

Ученый секретарь диссертационного совета

к.т.н. Кондратьева Е.С.

Дата «29» сентября 2020 г.

