

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.410.02,  
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ «ТВЕРСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ», МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от «20» февраля 2025 года № 2

О присуждении **Корнюшину Максиму Витальевичу**, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация **«Структура и свойства оксидной керамики, изготовленной методом холодного спекания»** по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки) принята к защите 18 декабря 2024 г., протокол № 11, диссертационным советом 24.2.410.02, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственный технический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации (170026, г. Тверь, наб. Афанасия Никитина, д. 22, приказ о создании диссертационного совета № 535/нк от 24 марта 2023 г.).

Соискатель Корнюшин Максим Витальевич, 3 декабря 1995 года рождения, в 2020 году окончил магистратуру по направлению подготовки 15.04.01 Машиностроение в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Московский политехнический университет». С 2020 по 2024 гг. обучался в аспирантуре по направлению 22.06.01 «Технологии материалов» по специальности 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение) (2.6.17. Материаловедение (технические науки)) в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Московский политехнический университет». По основному месту работы соискатель работает в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет» в должности младшего научного сотрудника лаборатории керамических материалов и технологий. По совместительству Корнюшин Максим Витальевич работает на кафедре «Материаловедение» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский политехнический университет» в должности старшего преподавателя.

Диссертация выполнена на кафедре «Материаловедение» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский политехнический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

**Научный руководитель** – кандидат технических наук Смирнов Андрей Владимирович, заведующий лабораторией керамических материалов и

технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет».

**Официальные оппоненты:**

1. Кусманов Сергей Александрович – доктор технических наук, доцент, главный научный сотрудник кафедры высокоэффективных технологий и обработки, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН».

2. Иванов Дмитрий Алексеевич – доктор технических наук, доцент, профессор кафедры 1102 «Материаловедение и технология обработки материалов», федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

дали положительные отзывы на диссертацию.

**Ведущая организация** – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (РХТУ), г. Москва, в своем положительном отзыве, составленном и подписанном Юрковым Андреем Львовичем, доктором технических наук, профессором кафедры химической технологии керамики и огнеупоров РХТУ, Вартамян Марией Александровной, кандидатом технических наук, доцентом, доцентом кафедры химической технологии керамики и огнеупоров РХТУ и утвержденном проректором по науке и инновациям РХТУ, доктором физико-математических наук Хайдуковым Евгением Валерьевичем, указала, что диссертационная работа по актуальности темы, постановке и решению задач исследования, научному результату и практической значимости представляет собой завершенную научно-исследовательскую работу, в которой на основании проведенных автором теоретических и экспериментальных исследований изложены новые технические и технологические решения по разработке режимов и подбору условий «холодного спекания», таких как температура, природа и содержание активирующей добавки, что имеет существенное значения для развития технологий и материальной базы электронной техники.

Диссертационная работа «Структура и свойства оксидной керамики, изготовленной методом холодного спекания» по актуальности, обоснованности, достоверности и полноте опубликования полученных результатов, научной и практической значимости полностью соответствует всем требованиям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842 (в действующей редакции), а ее автор Максим Витальевич Корнюшин **заслуживает** присуждения ему искомой ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Соискатель имеет 33 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликовано 7 научных работ общим объемом 11,09 п.л. (в т.ч.

авторским – 1,63 п.л.), из которых 5 работ общим объемом 9,85 п.л. (в т.ч. авторским – 1,32 п.л.), в изданиях, индексируемых международными системами цитирования Web of Science и Scopus и 2 работы общим объемом 1,24 п.л. (в т.ч. авторским – 0,31 п.л.), в других изданиях.

Наиболее значительные работы:

1. Y.D. Ivakin, A.V. Smirnov, M.N. Kormilitsin, A.A. Kholodkova, A.A. Vasin, **M.V. Kornyushin**, V.P. Tarasovskii, V.V. Rybal'chenko. Effect of Mechanical Pressure on the Recrystallization of Zinc Oxide in a Water Fluid Medium under Cold Sintering // Russian Journal of Physical Chemistry B. – 2021. – Vol. 15. – № 8. – P. 1228–1250. – 2,87 п.л./авт. 0,35 п.л.

2. Y.D. Ivakin, A.A. Smirnov, A.A. Kholodkova, A.A. Vasin, M.N. Kormilitsin, **M.V. Kornyushin**, V. Stolyarov. Comparative Study of Cold Sintering Process and Autoclave Thermo-Vapor Treatment on a ZnO Sample // Crystals. – 2021. – Vol. 11. – № 1. – P. 71. – 1,62 п.л./авт. 0,23 п.л.

3. A.V. Smirnov, **M.V. Kornyushin**, A.A. Kholodkova, S.A. Melnikov, A.D. Stepanov, E.V. Fesik, Y.D. Ivakin. Cold Sintering Process of Zinc Oxide Ceramics: Powder Preparation and Sintering Conditions Effects on Final Microstructure // Inorganics. – 2022. – Vol. 10. – № 11. – P. 197. – 2,12 п.л./авт. 0,30 п.л.

4. A.V. Smirnov, Y.D. Ivakin, **M.V. Kornyushin**, A.A. Kholodkova, A.A. Vasin, S. Ayudinyan, H.V. Kirakosyan. Effect of activating additives on the cold sintering process of  $(\text{MnFeCoNiCu})_3\text{O}_4$  high-entropy ceramics // Fine Chemical Technologies. – 2022. – Vol. 17. – № 5. – P. 439–449. – 1,37 п.л./авт. 0,23 п.л.

5. A.V. Smirnov, **M.V. Kornyushin**, A.A. Kholodkova, S.A. Melnikov, A.D. Stepanov, E.V. Fesik, V.V. Mnatsakanyan, A. Smirnov, Y.D. Ivakin. Evaluation of the Role of the Activating Application Method in the Cold Sintering Process of ZnO Ceramics Using Ammonium Chloride // Materials. – 2023. – Vol. 16. – № 1. – P. 408. – 1,87 п.л./авт. 0,21 п.л.

6. А.В. Смирнов, **М.В. Корнюшин**, С.В. Аюдинян. Процесс холодного спекания высокоэнтропийной керамики  $(\text{MnFeCoNiCu})_3\text{O}_4$  // Машиностроение: сетевой электронный научный журнал. – 2022. – Т. 9. – № 1. – С. 42–49. – 0,62 п.л./авт. 0,21 п.л.

7. **М.В. Корнюшин**, Ю.Д. Ивакин, А.А. Холодкова, А.Н. Хрусталева, Л.А. Арбанас, В.Е. Базарова, И.Д. Акиншин, А.В. Смирнов. Холодное спекание керамики титаната бария при пониженном давлении // XIII Всероссийская научно-техническая конференция «Электроника и микроэлектроника СВЧ». Сборник докладов. Санкт-Петербург. 27 – 31 мая 2024 г. СПб.: СПбГЭТУ «ЛЭТИ». – 2024. – С. 22–26. – 0,62 п.л./авт. 0,10 п.л.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах.

На диссертацию и автореферат поступило 7 отзывов, **все отзывы положительные**:

1. АО «НПП «Исток» им. Шокина», от старшего научного сотрудника НПК-39 (лаборатория керамических материалов), кандидата химических наук Карасёва Никиты Сергеевича. Содержит следующие замечания: 1. В

автореферате отсутствует информация об испытаниях на определение механических свойств образцов керамики; 2. Высокое значение тангенса угла диэлектрических потерь у образцов керамики из  $\text{BaTiO}_3$ , достигающего значения до 0,4.

2. ООО РУСЭЛПРОМ, от генерального конструктора, доктора технических наук Макарова Льва Николаевича. Содержит следующие замечания: 1. Применять термин «холодное спекание» не очень корректно, так как температура формирования керамики в данной работе достигает значения до  $400\text{ }^\circ\text{C}$ , а не при комнатной температуре; 2. В автореферате отсутствуют результаты определения прочностных свойств керамики, изготовленной методом холодного спекания.

3. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», от доцента кафедры высокоэффективных технологий обработки и ведущего научного сотрудника лаборатории искрового плазменного спекания, кандидата технических наук Солиса Пинарготе Нестора Вашингтона. Содержит следующие замечания: 1. Неясно, при каком механическом давлении проходило холодное спекание керамики из  $\text{ZnO}$ ; 2. Не указан средний размер частиц порошка из высокоэнтропийных оксидов. Желательно уточнить, на сколько увеличивается размер зерен керамики относительно исходного порошка.

4. Акционерное общество «Композит», от начальника лаборатории разработки и внедрения конструкционной керамики, кандидата технических наук Санниковой Светланы Николаевны. Содержит следующие замечания: 1. Большое значение в работе уделено изменению размера зерен материала при холодном спекании, но отсутствует подробное описание способа его определения; 2. Можно добавить сравнительный анализ образцов керамики, полученной методом холодного спекания и по классической технологии высокотемпературного спекания керамики.

5. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет», от заведующего кафедрой материаловедения, кандидата технических наук Тюриной Светланы Александровны. Содержит следующие замечания: 1. Высокоэнтропийные оксиды по своей структуре относятся к однофазным материалам. На дифрактограмме, представленной на рисунке 7 в автореферате, отмечено наличие двух фаз со структурой шпинели и каменной соли. Неясна причина наличия второй фазы со структурой каменной соли, которая, очевидно, является нежелательной примесью; 2. Вызывает интерес возможность применения метода холодного спекания для изготовления керамических тел иной формы, нежели тонкие пластины; 3. Не приведены количественные оценки энергоэффективности метода холодного спекания по сравнению с традиционной технологией.

6. Филиал акционерного общества «Объединенная двигателестроительная корпорация» «Научно-исследовательский институт технологии и организации производства двигателей», от начальника отдела конструкционных материалов

и функциональных покрытий, доктора технических наук Абраимова Николая Васильевича. Содержит следующее замечание: В автореферате не приведены результаты измерения временного сопротивления образцов, изготовленных методом холодного спекания керамики.

7. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Университет «Дубна», от заведующего лабораторией сенсорных систем инжинирингового центра, доктора технических наук Васильева Алексея Андреевича. Содержит следующее замечание: Главным недостатком представленной работы является некоторая сумбурность изложения материала. Автор часто перескакивает с одной темы на другую, что существенно осложняет чтение автореферата. Не всегда понятно, что имеет в виду автор, в каких условиях происходит процесс, в каких случаях роль играет присутствие жидкой фазы, почему и без жидкой фазы в присутствии активаторов происходит спекание. В общем, хотелось бы, чтобы в работе четче прослеживалась логика исследования. Хотя в целом, указанные недостатки не влияют на положительную оценку работы.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что они способны определить научную и практическую ценность диссертационной работы, имеют широкую известность в научной среде, их достижения и компетентность в данной отрасли науки основаны на публикациях в соответствующей сфере исследований.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

- разработана методика выбора режимов и условий холодного спекания оксидной керамики на основе известных данных по гидротермальной обработке, заключающаяся в выборе температуры, химической природы и содержания активирующей добавки, при которых происходит увеличение среднего размера частиц порошка не менее чем в 2 раза при его обработке в автоклаве;

- предложена новая эффективная добавка  $\text{NH}_4\text{Cl}$  для холодного спекания керамики из  $\text{ZnO}$ , которая позволяет изготовить керамику с относительной плотностью до 99 % и размером зерен в 1,5–2,0 раза меньше, чем при использовании  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ;

- доказано, что применение мер уплотнения зазора пресс-формы в условиях холодного спекания оказывает существенное влияние на структуру и характеристики керамики из  $\text{ZnO}$  и  $\text{BaTiO}_3$ . В случае  $\text{ZnO}$  уплотнение пресс-формы позволило изготовить керамику с относительной плотностью до 99 %, в то время как без уплотнения пресс-формы относительная плотность обычно не превышает 85 %. В случае  $\text{BaTiO}_3$  уплотнение пресс-формы обеспечивает формирование керамики методом холодного спекания с относительной плотностью более 90 % и высокой относительной диэлектрической проницаемостью, характерной для данного материала, при гораздо более мягких условиях, то есть при давлении 220 МПа вместо 350 МПа, температуре от 200 °С до 400 °С и без использования нанодисперсных порошков, как было

представлено в литературе; Доказано, что метод холодного спекания позволяет изготовить керамику из высокоэнтропийных оксидов составов  $(\text{MnFeCoNiCu})_3\text{O}_4$  и  $(\text{MnFeCoNiZn})_3\text{O}_4$  с сохранением функциональных свойств этих композиций, которые несовместимы с температурами термообработки для спекания по традиционной технологии.

- введено расширение трактовки понятия «спекание керамики» на основе экспериментально доказанной возможности формирования плотной оксидной керамики в результате холодного спекания при совместном воздействии механического давления, нагрева не выше 0,3–0,4 от температуры плавления по термодинамической шкале в присутствии водосодержащей фазы, и получении материала со структурой, схожей с той, что формируется в результате высокотемпературного обжига.

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

- доказано сходство механизмов процессов, происходящих при гидротермальной обработке порошков оксидов в автоклаве в присутствии активирующей добавки, и процессов формирования структуры керамики из тех же порошков с теми же добавками в ходе холодного спекания;

- применительно к проблематике результативно использован комплекс существующих базовых методов исследования состава, структуры и свойств материалов, в том числе: рентгенофазовый анализ, энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, сканирующая электронная микроскопия и лазерная дифрактометрия;

- изложены тенденции зависимости среднего размера зерен и относительной плотности керамики из  $\text{ZnO}$  от действия трех факторов: химической природы активирующей добавки, способа введения добавки и уплотнения зазора пресс-формы при постоянных температуре, давлении и продолжительности выдержки;

- раскрыто действие активирующих добавок  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  и  $\text{NH}_4\text{Cl}$  при холодном спекании керамики из  $\text{ZnO}$  и активирующей добавки  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  при холодном спекании керамики из  $\text{BaTiO}_3$ . Добавки  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  и  $\text{NH}_4\text{Cl}$  приводят к понижению pH раствора до 4–5 при стандартных условиях. Это обеспечивает растворимость  $\text{ZnO}$  в их присутствии, в отличие от условий с нейтральным pH. Добавка  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  при 78 °C разлагается с выделением кристаллизационной воды и образованием сильнощелочного раствора. В такой среде возможно растворение  $\text{BaTiO}_3$  с образованием ионов  $\text{Ba}^{2+}$  и  $[\text{Ti}(\text{OH})_{4+x}]^x$ . Раскрыто влияние химической природы активирующей добавки и режимов холодного спекания на относительную плотность, фазовый состав и магнитные свойства высокоэнтропийной керамики из  $(\text{MnFeCoNiCu})_3\text{O}_4$  и  $(\text{MnFeCoNiZn})_3\text{O}_4$ ;

- изучено влияние уплотнения зазора пресс-формы на микроструктуру и относительную диэлектрическую проницаемость керамики из  $\text{BaTiO}_3$ , изготовленной холодным спеканием;

- проведена модернизация методики холодного спекания путем включения мер по уплотнению зазора пресс-формы между матрицей и

пуансонами и применения изолирующих подкладок из графитовой фольги на рабочую поверхность пуансонов для предотвращения припекания материала.

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

- разработан и внедрен проект лабораторного технологического регламента на процесс изготовления методом холодного спекания керамики из  $\text{BaTiO}_3$  с относительной диэлектрической проницаемостью до 2600, который успешно прошел производственные испытания в АО «НПП «Исток» им. Шокина»;
- определены перспективы практического использования метода холодного спекания для изготовления конденсаторной керамики из  $\text{BaTiO}_3$ ;
- создано концептуальное представление о принципах проектирования конструкций пресс-форм для эффективного осуществления холодного спекания оксидных порошков;
- представлены предложения по дальнейшему совершенствованию технологии холодного спекания для изготовления оксидной керамики с высоким уровнем функциональных свойств.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

- для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения в соответствии с требованиями научно-технической и нормативной документации, действующей на территории РФ (ГОСТ и ISO);
- теория согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации о влиянии технологических факторов при холодном спекании (давление, температура, химическая природа активирующей добавки) на средний размер зерен и относительную плотность керамики из  $\text{ZnO}$  и  $\text{BaTiO}_3$ ;
- идея базируется на анализе практики и обобщении передового опыта изготовления керамики методом холодного спекания;
- использованы сравнения авторских данных и данных, полученных ранее по рассматриваемой тематике, в ходе исследования холодного спекания керамики из  $\text{ZnO}$  и  $\text{BaTiO}_3$ ;
- установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике, в отношении уровня относительной плотности и функциональных свойств керамики, изготовленной методом холодного спекания;
- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

**Личный вклад соискателя состоит в:**

формулировке цели и задач исследования; поиске и анализе научно-технической литературы; в проведении теоретических и экспериментальных исследований; анализе, обработке и обобщении полученных результатов; формулировке

выводов и практических рекомендаций на их основе; в подготовке публикаций в журналах и докладов на конференциях.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие замечания:

д. т. н. Измайлов В. В. отметил отсутствие в данной работе результатов измерения механических свойств образцов керамики, изготовленных методом холодного спекания.

д. т. н. Белов В. В. и д. т. н. Мисников О. С. отметили отсутствие в данной работе патентов, так как есть результаты, которые могли бы быть защищены как объект интеллектуальной собственности.

Соискатель Корнюшин М. В. согласился с замечаниями и рекомендациями и отметил, что при продолжении исследований в данном направлении они обязательно будут учтены.

На заседании 20 февраля 2025 года диссертационный совет принял решение: **за решение научной задачи, имеющей значение для развития знаний в области изготовления оксидной керамики методом холодного спекания, заключающейся в установлении зависимости структуры, состава и свойств керамики из  $ZnO$ ,  $BaTiO_3$  и высокоэнтропийных оксидов от условий и режимов процесса холодного спекания и разработке научно обоснованного подхода к подбору условий холодного спекания керамических материалов радиоэлектронного применения с решением ряда актуальных задач по исследованию влияния уплотнения пресс-формы, химической природы, содержания и способа введения активирующей добавки на структуру и характеристики керамики присудить Корнюшину Максиму Витальевичу ученую степень кандидата технических наук.**

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 12 человек, из них 6 докторов наук по профилю рассматриваемой диссертации (2.6.17. Материаловедение), участвовавших в заседании из 16 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за – 12, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного  
совета 24.2.410.02,  
доктор технических наук,  
профессор

Ученый секретарь  
диссертационного совета 24.2.410.02,  
кандидат физико-математических наук,  
доцент



Болотов Александр Николаевич

Афанасьева Людмила Евгеньевна

20 февраля 2025 г.