

ОТЗЫВ

дополнительного члена диссертационного совета ДС.ТПУ.11 на диссертацию **Никитина Дмитрия Сергеевича** «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия.

Актуальность темы диссертационной работы

Карбид кремния (SiC) обладает уникальным набором физико-химических свойств, включая низкую плотность, высокую твердость и прочность, химическую стойкость в окислительных средах и термостойкость. Благодаря этим свойствам SiC имеет широкий спектр применений: в аэрокосмической и химической промышленности, где преобладают повышенные температуры и агрессивные среды, в микроэлектронике, в абразивах и режущих инструментах и др. В связи с выше сказанным тема диссертационной работы Никитана Д.С. «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния» является актуальной, так как направлена на решение важных технологических и научных вопросов получения ультрадисперсного карбида кремния и керамики на его основе. Особую актуальность исследованиям придают перспективы использования карбида кремния для создания на его основе устройств силовой и высокочастотной электроники и высокотемпературных полупроводниковой техники, а также создания на основе наноразмерных частиц кубического SiC устройств нанoeлектроники, наносенсоров, нано- и микроэлектромеханических систем.

Актуальность работы подтверждается тем, что работа выполнялась в рамках грантов: Российского научного фонда № 15-19-00049 (НИР ТПУ № 2.1513.С.2015), Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере (проекты № 16795 и № 17216), Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 09-08-01110 и № 11-08-00608).

Общая методология и методика исследования соответствуют современному уровню развития науки и техники, используемые подходы к решению поставленных задач научно обоснованы. В основе диссертационного исследования лежит использование уникальной экспериментальной методики плазмодинамического синтеза ультрадисперсного продукта с монокристаллическим строением частиц. Получение керамического материала осуществляется методом искрового плазменного спекания. При исследовании фазового и гранулометрического состава порошкообразных и керамических продуктов применяются методы рентгеновской дифрактометрии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Полупроводниковые свойства порошкообразного материала изучались посредством метода спектроскопии диффузного отражения.

Диссертационное исследование изложено на 154 страницах, включая 1 приложение на 1 странице, 95 рисунков, 19 таблиц. Работа содержит введение, пять основных разделов, заключение и список литературы, включающий 183 наименования.

Цель диссертационной работы состояла в разработке научно-технических основ синтеза ультрадисперсного карбида кремния в гиперсверхзвуковой струе углерод-кремниевой электро-разрядной плазмы.

Успешному достижению заявленной цели работы способствовали грамотно поставленные задачи и последовательность в методологии диссертационного исследования.

Во введении отмечается актуальность, цели и задачи диссертационного исследования, сформулированы пункты научной новизны и практической значимости, положения, выносимые на защиту.

В первой главе приводится анализ опубликованных данных (в том числе, в англоязычной литературе) по строению, свойствам и получению карбида кремния. Особенно акцентируется внимание на вопросах синтеза SiC в ультрадисперсной форме. Сформулирован вывод о недостаточной эффективности большинства существующих методик синтеза ультрадисперсного карбида кремния ввиду высокой стоимости прекурсоров, многоступенчатости и энергозатратности процессов, грубой дисперсности продукта и т.д., а также о необходимости разработки нового электрофизического метода получения материала.

Во второй главе рассмотрены используемые в диссертации методы проведения экспериментальных и аналитических исследований. В основе работы лежит использование плазмодинамического метода синтеза ультрадисперсного карбида кремния, основанного на применении высокоскоростной плазменной струи, в головном скачке уплотнения которой формируются экстремальные давления и температуры. Генерирование плазменной струи происходит посредством коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами. Описаны аналитические методы, применявшиеся при исследовании порошкообразных и керамических материалов.

В третьей главе приводятся доказательства принципиальной возможности получения ультрадисперсного карбида кремния с монокристаллическим строением частиц. Показано влияние условий инициирования дугового разряда на процесс и продукт плазмодинамического синтеза. Использование графитизации внутренней поверхности изолятора при начальном сопротивлении разрушаемой токопроводящей перемычки ~8500 Ом позволяет достигнуть максимального выхода фазы SiC – более 98 %.

В четвертой главе исследуются закономерности влияния соотношения прекурсоров, энергетических параметров электропитания, параметров внешней газообразной среды камеры-реактора (давления и температуры) на процесс и продукт плазмодинамического синтеза. Изменение указанных параметров позволяет управлять фазовым составом ультрадисперсного продукта и средним размером частиц. Дисперсность продукта оказалась фактором, в значительной мере влияющим на его полупроводниковые характеристики – ширину запрещенной зоны.

Пятая глава содержит данные о компактировании материала методом искрового плазменного спекания и исследовании его физико-механических и

теплофизических свойств. Получение высокоплотной керамики из продукта плазмодинамического синтеза достигается при использовании спекающих добавок Al-B-C, что обеспечивает повышенную твердость (25,9 ГПа) и теплопроводность образцов (более 70 Вт/м·К).

В заключении приведены выводы по осуществленному циклу экспериментальных работ, подтверждающие достижение цели и задач диссертационного исследования.

Текст диссертации и приведенные публикации свидетельствуют о том, что диссертационная работа является результатом исследований, в значительной степени выполненных автором. На различных этапах работы исследования выполнялись совместно с коллегами, что отражено в опубликованных статьях и отмечено в тексте диссертации и автореферата.

Соответствие диссертации и автореферата паспорту специальности 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия

Материалы диссертации и автореферата соответствуют следующим пунктам паспорта научной специальности 05.09.02 – «Электротехнические материалы и изделия»:

П. 1 Изучение на стадиях разработки, исследования, изготовления, эксплуатации и утилизации физико-химических процессов, определяющих свойства электротехнических и радиотехнических материалов и изделий в связи с их химическим составом, структурой и внешними условиями эксплуатации с целью обеспечения их высокого качества.

П. 2 Оптимизация параметров электротехнических, радиотехнических материалов и изделий, технологии их производства, эксплуатации и утилизации.

П. 4 Разработка методов повышения долговечности и надежности электротехнических и радиоэлектронных материалов и изделий на их основе.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций

Научные положения, выносимые на защиту, основаны на корректном анализе результатов экспериментальных исследований, поэтому являются вполне обоснованными. Экспериментальные данные получены с использованием современного диагностического, технологического и измерительного оборудования. Выявленные закономерности подтверждены экспериментальными результатами. Полученные автором экспериментальные данные согласуются с основными теоретическими положениями, между собой и сопоставимы с данными других исследователей, где сопоставление возможно. Выводы и заключения являются логичными, последовательными и отражают суть проведенных исследований.

Уровень новизны научных положений, выводов и рекомендаций

Новизна результатов диссертационной работы заключается в следующем:

- разработан метод прямого плазмодинамического синтеза ультрадисперсного карбида кремния с монокристаллическим строением частиц, на основе которого оформлен патент РФ;

- установлены важнейшие закономерности влияния условий инициирования дугового разряда в ускорительном канале и энергетических параметров импульсного электропитания ускорителя на процесс плазмодинамического синтеза и характеристики дисперсного продукта;

- установлены корреляционные связи параметров, характеризующих состояние внешней газообразной среды, и характеристиками получаемого при высокоскоростном распылении в плазменной струе порошкового продукта: фазовый состав, параметры кристаллической структуры, морфология и размеры частиц порошка карбида кремния;

- отработаны технологические режимы получения высокоплотной ($\rho = 98,5 \%$) керамики карбида кремния с субмикронной зеренной структурой с высокими физико-механическими свойствами.

Значение выводов и рекомендаций, полученных в диссертации, для науки и практики.

Разработанный метод плазмодинамического синтеза позволяет получать наноразмерные монокристаллические частицы карбида кремния, которые могут быть использованы для создания на их основе устройств нанoeлектроники. Реализована технология получения на основе синтезированного продукта объемного керамического материала с высокими физико-механическими и теплофизическими свойствами.

Основные результаты исследования опубликованы в рецензируемых российских научных журналах, сборниках трудов и тезисов докладов научных конференций. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на различных международных и всероссийских научных конференциях, хорошо известны широкому кругу исследователей. Автором диссертационной работы по тематике исследования опубликовано 30 работ, в том числе 10 статей в журналах, рекомендованных ВАК, 6 статей в журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, 1 из которых относится к первому (Q1) квартилю. Публикации отражают основные результаты и выводы диссертации. Также автором получен один патент РФ на изобретение. Основные положения диссертации апробированы на научных конференциях.

Замечания по диссертации.

1. В пунктах 2-4 научной новизны заявленные утверждения раскрыты недостаточно полно и конкретно.
2. В разделе «Введение» нет пояснения, что является Объектом, а что Предметом диссертационного исследования, что затрудняет восприятие материала.
3. В диссертации перечислено 4 пункта новизны, а защищаемых положений 5.
4. В заключительной части главы 1 отсутствуют выводы, в которых обосновывается цель диссертационного исследования и приводится формулировка задач, которые необходимо решить для достижения цели.

5. В главах 2-5 не сформулированы выводы по результатам исследований, изложенным в каждой из глав, что затрудняет восприятие и оценку достигнутых материалов.
6. В тексте диссертации нет сравнения получаемого порошкового материала с другими, полученными по другим технологиям получения порошков карбида кремния, например, методом СВС.
7. В тексте диссертации отсутствует раздел «Выводы», а есть только раздел «Заключение», в котором написано, что «получены следующие результаты: ...», но не сформулированы научные выводы, характеризующие, например, обнаруженные явления и закономерности и раскрывающие их суть.
8. На мой взгляд, в работе не достаточно акцентировано внимание на авторские публикации результатов диссертационного исследования. Нет, например, ключевых фраз типа «результаты исследований, представленных в настоящей главе, опубликованы в работах...» Сами работы в разделе «Список литературы» представлены в виде, затрудняющем их восприятие как работу Никитина Д.С., так как в списке авторов эта фамилия спрятана под надписью и др.
9. На экспериментальных кривых в рисунках диссертации (например, 4.1.2, 4.2.7, 4.3.8, 4.3.9, 4.4.1, 4.4.3 и т.д.) отсутствуют доверительные интервалы.

Заключение

Отмеченные недостатки не касаются основных результатов и выводов, не затрагивают принципиального существа диссертации и не снижают высокую оценку проведенного исследования. Указанные замечания не снижают ценности работы.

Автореферат полностью отражает содержание, основные результаты и выводы диссертационной работы, а публикации автора достаточно полно это представляют. Диссертация хорошо апробирована.

Представленные в работе результаты исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы. Работа выполнена на высоком теоретическом, экспериментальном и профессиональном уровне. В диссертации соблюдаются принципы соответствия поставленной цели, задачи исследования и полученных результатов исследования.

Считаю, что диссертационная работа Никитина Д.С. отвечает требованиям п.п. 8-9 Порядка присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете (Приказ № 93/од от 06.12.2018):

п. 8. Представленная работа является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития соответствующей отрасли знаний (области электротехнических материалов и изделий) и в которой изложены новые научно обоснованные технические решения, в виде предложенного метода плазмодинамического синтеза для получения ультрадисперсного карбида кремния.

п. 9. Работа написана автором самостоятельно, обладает внутренним единством, содержит новые научные результаты и положения, выдвигаемые для публичной защиты, и свидетельствует о личном вкладе автора диссертации в науку. Кроме того, приводятся сведения о возможном практическом использовании полученных автором диссертации научных результатов.

п. 10-11. Основные научные результаты диссертации опубликованы в 30 работах, в том числе 10 статьях в журналах, рекомендованных ВАК, 6 статьях в журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

п.12. Диссертация соответствует требованию указания ссылок на заимствованные материалы или отдельные результаты.

Основываясь на вышеизложенном, считаю, что диссертационная работа «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния» является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему и содержащей значимые научные и практические результаты, а её автор Никитин Дмитрий Сергеевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.09.02 Электротехнические материалы и изделия.

Дополнительный член диссертационного совета ДС.ТПУ.11

ведущий научный сотрудник, Проблемная научно-исследовательская лаборатория электроники, диэлектриков и полупроводников ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», доктор технических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния, профессор

Гынгазов

Сергей

Анатольевич

Подпись Гынгазова С.А. заверяю:
Ученый секретарь Учёного совета ТПУ

О.А. Ананьева

Сведения:

Полное наименование организации:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Юридический адрес: г. Томск, проспект Ленина, дом 30.

Телефон: 8 (3822) 56-38-64

Эл. адрес: ghyngazov@tpu.ru

Должность: ведущий научный сотрудник Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников

Ф.И.О.: Гынгазов Сергей Анатольевич