

## ОТЗЫВ

доктора технических наук Лебедева Сергея Михайловича на диссертационную работу Никитина Дмитрия Сергеевича на тему: «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия

### Оценка актуальности темы исследования

Необходимость синтеза наноразмерного карбида кремния (SiC) и производство наноструктурированной керамики на его основе обусловлены его широкой востребованностью в различных областях промышленности, таких как машиностроение, силовая энергетика, химия, приборостроение и т.д.

Актуальность темы исследования определяется уникальными свойствами наноразмерного SiC, а также ограниченностью номенклатуры таких материалов на отечественном рынке. Кроме того, реализация предложений и выводов, сформулированных в работе, позволит частично решить проблему импортозамещения в области новых полупроводниковых материалов.

Разработка новых методов прямого синтеза наноразмерного монокристаллического карбида кремния открывает широкие возможности получения конечного продукта с заданными свойствами, чистотой и фазовым составом, поэтому актуальность темы исследования не вызывает сомнения.

### Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, их достоверность и новизна

Научные положения, сформулированные соискателем в работе, хорошо аргументированы, обоснованы и имеют научную новизну. Полученные результаты полностью соответствуют поставленным перед соискателем задачам.

Новизна научных результатов, полученных автором, состоит в следующем:

– Разработан метод прямого плазмодинамического синтеза карбида кремния на

основе импульсного высоковольтного коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами, обеспечивающий получение в гиперскоростной струе электроразрядной плазмы ультрадисперсного продукта с монокристаллическим строением частиц.

– Установлены основные закономерности влияния условий инициирования дугового разряда в ускорительном канале и энергетических параметров импульсного электропитания ускорителя на процесс плазмодинамического синтеза и характеристики дисперсного продукта.

– Определен характер влияния параметров состояния внешней газообразной среды на фазовый состав, параметры кристаллической структуры, морфологию и размеры частиц карбида кремния, формирующихся при высокоскоростном распылении материала плазменной струи.

– Получена высокоплотная субмикронная керамика с высокими физико-механическими свойствами, отличающаяся высокой твердостью.

Достоверность полученных результатов подтверждается применением современных методов исследований и традиционных методов статистического анализа полученных экспериментальных данных.

В целом результаты исследований и сформулированные положения доказывают, что диссертационная работа соискателя направлена на решение актуальной научно-технической задачи, имеющей большое научное и практическое значение для современного материаловедения, и полностью соответствует паспорту специальности 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия.

### **Практическая значимость и реализация результатов**

Задачи, сформулированные в работе соискателя, решались при выполнении исследований, проводившихся по грантам Российского научного фонда № 15-19-00049, 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).

Практическая значимость результатов диссертационной работы заключается в следующем:

1. Разработан способ плазмодинамического синтеза ультрадисперсного карбида кремния с помощью коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами, позволяющий проводить экспериментальные исследования в области физики высоких плотностей энергии, на который получен патент РФ.
2. Определены оптимальные параметры экспериментальной системы: условия инициирования дугового разряда, значения энергетических и конструкционных параметров, а также параметров внешней газообразной среды, позволяющие получать продукт плазмодинамического синтеза с наибольшим выходом ультрадисперсного карбида кремния и возможностью регулирования фазового и гранулометрического составов конечного продукта синтеза.
3. Определены режимные параметры и условия искрового плазменного спекания, обеспечивающие получение SiC-керамики с высокими физико-механическими и теплофизическими свойствами.

Результаты работы Никитина Д.С. могут быть использованы в научно-исследовательских, проектных организациях и промышленных предприятиях, работающих в области материаловедения.

#### **Краткая характеристика основных разделов диссертации**

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения, изложенных на 154 страницах, включая 95 рисунков и 19 таблиц. Список цитируемой литературы состоит из 183 наименований.

Во введении показана актуальность диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования.

В первой главе приведен литературный обзор работ, посвященных существующим способам получения карбида кремния.

Во второй главе описаны методы экспериментальных и аналитических исследований. Приведено описание метода плазмодинамического синтеза и разработанного способа получения монокристаллического карбида кремния. Перечислены и описаны основные методы исследования полученного конечного продукта синтеза и метод искрового плазменного спекания для компактирования порошкообразного продукта, с целью получения керамики.

Третья глава посвящена разработке способа синтеза карбида кремния. Показано, что после вскрытия камеры-реактора содержание  $\beta$ -SiC в осажденном порошкообразном продукте составило около 73%. Монокристаллы  $\beta$ -SiC имеют различные формы: треугольные, треугольные с усеченными вершинами и шестиугольные. По результатам предварительных исследований были выбраны оптимальные технологические параметры коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами, в частности, показано влияние сопротивления токопроводящей перемычки между центральным графитовым электродом и ускорительным каналом (выполненной либо из углеродных волокон, либо путем графитизации поверхности изолятора) на конечный продукт. Во втором случае, при графитизации поверхности изолятора, содержание фазы  $\beta$ -SiC резко увеличивается до 99%, при минимальном содержании непрореагировавших прекурсоров. Показано, что при оптимальных параметрах магнитоплазменного ускорителя конечный продукт более однороден по фазовому составу и кристаллографическому типу.

В четвертой главе проведена оптимизация всех технологических параметров (параметров электропитания, соотношения содержания прекурсоров, параметров струйного течения плазмы, условий внешней инертной газообразной атмосферы) и их влияние на процесс плазмодинамического синтеза конечного продукта. Показано, что максимальный выход фазы  $\beta$ -SiC в конечном продукте до 93%,

наблюдается при массовом соотношении прекурсоров  $\text{Si}:\text{C} = 3:1$ . Установлено также, что для максимального выхода фазы  $\beta\text{-SiC}$  в конечном продукте величина подводимой энергии должна составлять около 28 кДж. Кроме того, исследовано влияние характера течения плазменной струи (свободное течение и течение, при наличии преграды в виде медной пластины), давления инертной среды и температуры в камере-реакторе на содержание фазы  $\beta\text{-SiC}$  в конечном продукте. Установлено, что температура в камере-реакторе оказывает заметное влияние на ширину запрещенной зоны карбида кремния в конечном продукте.

В пятой главе приведены результаты исследований по применению полученных порошков  $\text{SiC}$  для изготовления керамики с помощью метода искрового плазменного спекания. Показано, что добавление полученных в работе порошков  $\text{SiC}$  в традиционно применяемый порошок  $\text{SiC}$  марки F1200 в количестве 5% даже при низких температурах спекания ( $1800^\circ\text{C}$ ) обеспечивает получение более плотной керамики с повышенной твердостью. При исследовании теплопроводности полученной керамики было установлено, что синтезированные материалы позволяют повысить теплопроводность полупроводящей керамики до величины 70 Вт/мК.

### **Замечания**

1. Из текста диссертации и автореферата не понятно, что нового внесено соискателем в хорошо известный метод искрового плазменного спекания, а эта часть диссертационной работы включена в п. 4 Научной новизны и п. 5 Положений, выносимых на защиту.
2. В списке основных публикаций по теме диссертации часть статей дублируется в списке статей в журналах, рекомендованных ВАК, и списке статей в изданиях, входящих в базы данных Web of Science и Scopus (см. ссылки 1 и 2 и 12 и 14). Ссылки под номерами 12 и 14 являются переводными версиями статей, опубликованных ранее на русском языке в отечественных журналах. Кроме того, в

списке под номерами 8 и 9 приведены статьи, о которых в диссертации упоминается только в литературном обзоре, а в оригинальной части этих результатов нет, то есть они не являются публикациями по теме диссертации, а входят в общий список работ соискателя.

3. Ни в диссертации, ни в автореферате нет даже упоминания об Акте о внедрении материалов диссертационного исследования, приведенном на стр. 154 диссертации, кроме того, отсутствуют какие-либо сведения о том, что же было конкретно изготовлено и внедрено соискателем в АО «НПЦ «Полюс»», г. Томск.

4. Кроме того, в тексте диссертационной работы встречаются грамматические и стилистические ошибки, например, «...предыонизация...» (стр. 8, 39, 60, 63 и т.д. – диссертация) и (стр.5, 10, 11, и 12 – автореферат); «...не противоречит этим предположениям и малые размеры частиц...» (стр. 75). В работе соискатель часто путает понятия метод, способ, и методика: «...получение ... карбида кремния возможно несколькими методиками...» и «...основой методики ПДС является использование...» (стр. 31 и 32). Метод – совокупность приемов и операций. Методика – описание конкретных приемов и способов исследования.

Отмеченные замечания носят рекомендательный характер и не снижают ценности и новизны результатов диссертационной работы.

### **Заключение**

Диссертационная работа Никитина Д.С. на тему: «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния» по степени научной новизны, объему проведенных исследований и их практической значимости является завершенной научно-квалификационной работой, выполненной лично автором на высоком научно-техническом уровне. В работе решен комплекс задач, имеющих существенное значение для развития технологии синтеза наноразмерных порошков SiC, изложены новые научно обоснованные положения и рекомендации, имеющие существенное значение для области материаловедения.

Диссертационная работа написана хорошим научным языком, аккуратно оформлена, материал логически последователен. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации. Публикации по теме диссертации в полной мере отражают основные положения работы.

**Соответствие диссертации критериям положения о присуждении  
ученых степеней**

Диссертационная работа отвечает требованиям пп. 9, 13, 18 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Никитин Дмитрий Сергеевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия.

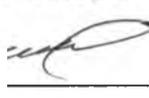
Доктор технических наук, ведущий научный  
сотрудник ФГАОУ ВО «Национальный  
исследовательский Томский политехнический  
университет»

Телефон: (3822) 606402; Моб. телефон: 8-923-421-9354

Рабочий адрес: Россия, 634028, г. Томск, пр. Ленина, 2А

Электронный адрес: lsm70@mail.ru

Домашний адрес: 634045, Томск, п. Апрель, Еловый тупик, д. 7.



Сергей Михайлович Лебедев

« 7 » 05 2019 г.

Подпись Лебедева С.М. заверяю,  
Ученый Секретарь ТПУ



Ольга Афанасьевна Ананьева

