

УТВЕРЖДАЮ:



Проректор по научной работе и инновациям

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский

Томский политехнический университет»

Степанов И.Б.

« 1 » марта 2019 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет»

Диссертация «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного
карбида кремния» выполнена на кафедре электроснабжения
промышленных предприятий (в настоящее время Отделение
электроэнергетики и электротехники Инженерной школы энергетики)
Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ).

В период подготовки диссертации соискатель Никитин Дмитрий
Сергеевич обучался в очной аспирантуре и в настоящий момент работает в
должности ассистента в Отделении электроэнергетики и электротехники
Инженерной школы энергетики Федерального государственного
автономного образовательного учреждения высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет».
Год окончания аспирантуры – 2018 год.

В 2014 г. окончил с отличием Федеральное государственное
автономное образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет»
по направлению подготовки 140400 «Электроэнергетика и электротехника».

Диплом об окончании аспирантуры выдан в 2018 г. Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Научный руководитель – Сивков Александр Анатольевич, доктор технических наук, старший научный сотрудник, профессор Отделения электроэнергетики и электротехники Инженерной школы энергетики Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Во время обсуждения диссертационной работы были заданы следующие вопросы:

1. Каким образом осуществлялось разделение различных кристаллических фаз, присутствующих в конечном порошкообразном продукте, для осуществления процесса спекания?
2. Почему при спекании карбида кремния, обладающего высокой электропроводностью, уплотнение осуществляется посредством именно искрового механизма?
3. Какова роль используемых спекающих добавок при уплотнении керамического материала?
4. Каковы рекомендации для разработки основ технологии получения керамических материалов и продуктов синтеза?
5. Какова процедура подготовки эксперимента? Какова длительность полного цикла эксперимента (включая подготовку и проведение эксперимента, сбор порошкообразного продукта)?
6. Какие меры возможно предложить для сокращения времени экспериментального цикла и для создания автоматической установки?
7. Какова повторяемость и воспроизводимость метода плазмодинамического синтеза ультрадисперсного карбида кремния?

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

Диссертационная работа Никитина Дмитрия Сергеевича на тему **«Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния»** является законченной научно-квалификационной работой.

1. Актуальность темы исследования обусловлена наличием у карбида кремния SiC целой совокупности уникальных свойств и необходимостью разработки новых, в частности электроразрядных технологий, для его синтеза в виде ультрадисперсных порошков. Карбид кремния используется для создания на его основе устойчивых к внешним воздействиям электронных и микропроцессорных устройств с высокими эксплуатационными характеристиками, износостойкой функциональной керамики, применимой в самых разных сферах промышленности. В настоящей работе для синтеза ультрадисперсного карбида кремния предлагается использовать метод прямого плазмодинамического синтеза, основанный на применении коаксиального магнитоплазменного ускорителя. Посредством плазмодинамического синтеза возможно достижение получения продукта с содержанием SiC до ~98 %. Получаемые порошкообразные продукты пригодны для создания керамических материалов, что продемонстрировано на примере искрового плазменного спекания. Керамические материалы демонстрируют высокие физико-механические свойства.

2. Личное участие и вклад соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации.

Автор принимал активное участие на всех стадиях научной работы: обзор литературы по тематике, постановка задач исследований и их проведение с использованием аналитических методик, обработка и интерпретация результатов. Все основные результаты работы получены лично автором или при его непосредственном участии. В публикациях, содержащих указанные результаты, определяющая роль принадлежит автору диссертации.

3. Степень достоверности результатов проведенных исследований.

Достоверность результатов проведенных исследований подтверждается полнотой теоретических и практических исследований, применением общепризнанных методик контроля и измерения параметров импульсных электроразрядных процессов, использованием современных аналитических методик исследования порошкообразных и керамических материалов.

4. Полнота изложения материалов диссертации в опубликованных работах. Результаты исследования достаточно полно изложены в 16 печатных работах, включая 10 статей в рецензируемых периодических изданиях из перечня ВАК, 6 публикаций в зарубежных журналах, индексируемых базами данных Web of Science и Scopus.

Статьи в рецензируемых периодических изданиях по перечню ВАК РФ, в которых изложены основные положения:

1. Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Прямой плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния // Письма в журнал технической физики. – 2013. – Т. 39, Вып. 2. – С. 15-20.

2. Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Влияние энергетики плазмодинамического синтеза в системе Si–C на фазовый состав и дисперсность продукта // Российские нанотехнологии. – 2015. – Т. 10, № 1-2. – С. 34-39.

3. Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Ультрадисперсный карбид кремния: плазмодинамический синтез и управление характеристиками продукта // Химическая технология. – 2015. – № 6. – С. 321-325.

4. Nikitin D.S., Sivkov A.A., Pak A.Y. The plasmodynamic synthesis of silicon carbide // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т. 55, № 12/2. – С. 228-231.

5. Никитин Д.С., Сивков А.А. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния и управление характеристиками продукта // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 12/3. – С. 299-303.

6. Никитин Д.С., Сивков А.А. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния и возможность изменения характеристик продукта // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2013. – № 3(25). – С. 80-82.

7. Никитин Д.С., Сивков А.А., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния и влияние уровня энергии на характеристики продукта синтеза // Вестник Казанского технологического университета. – 2012. – Т. 15, № 24. – С. 65-67.

8. Сивков А.А., Пак А.Я., Никитин Д.С., Рахматуллин И.А., Шаненков И.И. Синтез ультрадисперсных фаз на основе углерода и азота // Нанотехника. – 2012. – № 4(32). – С. 39-44.

9. Сивков А.А., Пак А.Я., Никитин Д.С., Рахматуллин И.А., Шаненков И.И. Плазмодинамический синтез нанокристаллических структур в системе C-N // Российские нанотехнологии. – 2013. – Т. 8, № 7-8. – С. 62-65.

10. Никитин Д.С., Сивков А.А., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Влияние энергетических параметров процесса плазмодинамического синтеза в системе Si-C на характеристики ультрадисперсного продукта [Электронный ресурс] // Современные проблемы науки и образования. – 2012. – № 6. – С. 1-4. – Режим доступа: <http://www.science-education.ru/106-7761>

Статьи в рецензируемых периодических изданиях, входящих в базы данных Web of Science и Scopus:

1. Sivkov A., Nikitin D., Shanenkov I., Ivashutenko A., Rakhmatullin I., Nassyrbayev A. Optimization of plasma dynamic synthesis of ultradispersed silicon carbide and obtaining SPS ceramics on its basis // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2019. – V. 79. – P. 123-130.

2. Sivkov A.A., Nikitin D.S., Pak A.Y., Rakhmatullin I.A. Direct plasmadynamic synthesis of ultradisperse silicon carbide // Technical Physics Letters. – 2013. – V. 39(1). – P. 105-107.

3. Sivkov A.A., Nikitin D.S., Pak A.Y., Rakhmatullin I.A. Production of ultradispersed crystalline silicon carbide by plasmodynamic synthesis // Journal of Superhard Materials. – 2013. – V. 35(3). – P. 137-142.

4. Sivkov A.A., Nikitin D.S., Pak A.Y., Rakhmatullin I.A. Influence of plasmodynamic synthesis energy in Si-C system on the product phase composition and dispersion. – 2015. – Nanotechnologies in Russia. – V. 10(1-2). – P. 34-41.

Материалы конференций:

1. Никитин Д.С., Сивков А.А., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния // Международная научная конференция «Плазменные технологии в исследовании, модификации и получения материалов различной физической природы». – Казань: Изд-во КНИТУ, 2012 – С. 339-341.

2. Никитин Д.С., Сивков А.А. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния и возможность изменения характеристик продукта // Физическое материаловедение: сборник материалов VI Международной школы с элементами научной школы для молодежи. – Тольятти: ТГУ, 2013. – С. 66-68.

3. Nikitin D.S., Sivkov A.A. The plasmadynamic synthesis of nanodispersed silicon carbide and the product characteristics management // Energy Fluxes and Radiation Effects: Book of Abstracts of International Congress. – Tomsk: Publishing House of IOA SB RAS, 2014. – P. 408.

4. Никитин Д.С., Сивков А.А. О влиянии энергии плазменной струи на продукт плазмодинамического синтеза в системе Si-C // Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы. VII Ставеровские чтения: труды научно-технической конференции. – Красноярск: Издательство СФУ, 2015. – С. 27-30.

5. Никитин Д.С. Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния // Всероссийский конкурс научно-исследовательских работ студентов и аспирантов в области физических наук: Сборник трудов. – Москва: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2012. – С. 171-188.

6. Nikitin D.S., Sivkov A.A. On the possibility of nanodispersed silicon dioxide synthesis by a coaxial magnetoplasma accelerator // Gas Discharge Plasmas and Their Applications: Abstracts of 12th International Conference. – Tomsk: Publishing House of IOA SB RAS, 2015. – P. 193.

7. Никитин Д.С. Плазмодинамический синтез нанодисперсного карбида кремния // Ломоносов-2013: материалы Международного молодежного научного форума. – Москва: МАКС Пресс, 2013. – С. 102.

5. Апробация работы.

Результаты диссертационной работы были апробированы на конференциях международного, всероссийского и регионального уровней: Всероссийской научной конференции молодых ученых «Наука. Технологии. Инновации» (Новосибирск, 2011 г.), научно-технических конференциях молодежи ОАО «ЦентрСибНефтеПровод» (Томск, 2011, 2012, 2013 гг.), научно-технической конференции молодежи ОАО «Транснефть» (Санкт-Петербург, 2012 г.; Уфа, 2014 г.), Международных конгрессах «Energy Fluxes and Radiation Effects» (Томск, 2012, 2014, 2016 гг.), Международной конференции «Plasma technologies of studying, modifying and obtaining of different materials» (Казань, 2012 г.), Международной конференции «Ломоносов – 2013» (Москва, 2013 г.), VI Международной конференции «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2013 г.), International Siberian Conference on Control and Communications SIBCON (Омск, 2015 г.) и др.

Результаты данной диссертационной работы реализованы в ряде НИР, выполненных при личном участии автора:

1. Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере (проекты № 16795 и № 17216) «Разработка конструкции коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами на основе тугоплавких металлов – материала центрального электрода для синтеза ультрадисперсных кристаллических фаз системы C-N без примесей фаз». Руководитель: Никитин Д.С.

2. Российский фонд фундаментальных исследований (проект № 09-08-01110) «Динамический синтез нанодисперсных кристаллических фаз в системе C-N». Руководитель: Сивков А.А.

3. Российский фонд фундаментальных исследований (проект № 11-08-00608) «Динамический синтез ультрадисперсного нитрида бора в гиперсверхзвуковой струе бор-углеродной электроразрядной плазмы». Руководитель: Сивков А.А.

6. Научная новизна работы:

1. Разработан метод прямого плазмодинамического синтеза карбида кремния на основе импульсного высоковольтного коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами, обеспечивающий получение в гиперсверхзвуковой струе электроразрядной плазмы ультрадисперсного карбида кремния с монокристаллическим строением частиц.

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

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

4. Получена высокоплотная ($\rho = 98,5 \%$) субмикронная керамика с высокими физико-механическими свойствами, отличающаяся высокой твердостью ($H = 25,9$ ГПа).

7. Практическая значимость работы.

1. Разработан и запатентован способ плазмодинамического синтеза ультрадисперсного карбида кремния, базирующийся на использовании

КМПУ с графитовыми электродами и позволяющий проводить экспериментальные исследования в областях физики высоких плотностей энергии и получения новых материалов в ультрадисперсном состоянии.

2. Определены оптимальные параметры экспериментальной системы – условия инициирования дугового разряда (использование графитизации, сопротивление углеродной перемычки $R_0 = 8500$ Ом, соотношение прекурсоров $Si:C = 3,0:1$), значения энергетических и конструкционных параметров (использование свободного пространства камеры-реактора, значение выделившейся энергии $W = 30$ кДж), а также параметров внешней газообразной среды (давление $p = 1,5$ атм., температура $t = 75$ °С), позволяющие получать продукт плазмодинамического синтеза с наибольшим выходом ультрадисперсного карбида кремния и возможностью регулировать фазовый и гранулометрический состав продукта синтеза.

3. Определены режимные параметры и условия искрового плазменного спекания (давление $p = 60$ МПа, температура $T = 1750$ °С, скорость нагрева $\Delta T/\Delta t = 100$ К/мин., время выдержки $\Delta t = 10$ мин., использование спекающей добавки $Al:B:C$ в соотношении 4:2:2 %), обеспечивающие получение SiC -керамики с высокими физико-механическими свойствами.

8. Рассматриваемая диссертация является законченной научно-квалификационной работой, содержит научные и практически важные результаты. В работе приведены новые технические решения, позволяющие реализовывать синтез ультрадисперсного кубического карбида кремния в гиперсверхзвуковой струе углерод-кремниевой электроразрядной плазмы и получить керамику на его основе с высокими физико-механическими свойствами. Диссертационная работа соответствует требованиям ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Диссертация «Плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния» Никитина Дмитрия Сергеевича рекомендуется к

защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия.

Заключение принято на заседании научного семинара Отделения электроэнергетики и электротехники Инженерной школы энергетики Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» Министерства образования и науки Российской Федерации.

Присутствовало на заседании 15 чел.

Результаты голосования: «за» - 15 чел., «против» - нет, «воздержалось» - нет.

Протокол № 4 от «14» февраля 2019 г.

Председатель научного семинара
руководитель Отделения



Дементьев Юрий
Николаевич

электроэнергетики и электротехники,
профессор Инженерной школы энергетики
Национального исследовательского
Томского политехнического университета,
Ph.D., к.т.н., доцент

Секретарь научного семинара
профессор Отделения



Ушаков Василий
Яковлевич

электроэнергетики и электротехники
Инженерной школы энергетики
Национального исследовательского
Томского политехнического университета,
д.т.н., профессор

