

ОТЗЫВ

официального оппонента Прибыткова Геннадия Андреевича на диссертационную работу Мартынова Романа Сергеевича «Синтез карбида бора в дуговом разряде постоянного тока в открытой воздушной среде», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Актуальность темы диссертации

Разработка новейших образцов техники требует применения материалов с уникальными свойствами, отвечающих высоким эксплуатационным требованиям. Одним из таких материалов является карбид бора, поскольку сочетает в себе уникальный комплекс свойств: высокая температура плавления и твердость, низкая плотность, способность поглощать нейтронное излучение. Благодаря этому, карбид бора применяется для изготовления различных деталей и узлов современной техники. На сегодняшний день существует несколько методов получения карбида бора: карботермическое восстановление, магнийтермическое восстановление, спекание, самораспространяющийся высокотемпературный синтез и другие. К преимуществам промышленных способов получения карбида бора можно отнести возможность его получения с высокой чистотой, однако такие методы отличаются технологической сложностью, дороговизной применяемого оборудования, большой энерго- и трудоемкостью. Поэтому совершенствование известных и поиск новых методов получения материалов на основе карбида бора, безусловно, является актуальной научной и технологической задачей.

Автором диссертационной работы рассмотрен новый подход к получению порошка на основе карбида бора в дуговом разряде постоянного тока без применения специальной инертной среды или вакуума. Синтез порошка на основе карбида бора осуществляется путем косвенного подвода тепловой энергии дугового разряда постоянного тока, горящего между графитовыми электродами, на смесь исходных реагентов, которые предварительно помещались в графитовый тигель.

Так как на сегодняшний день в доступной литературе отсутствуют сведения об особенностях формирования материалов на основе карбида бора данным методом, то результаты, полученные при выполнении диссертационной работы «Синтез карбида бора в дуговом разряде постоянного тока в открытой воздушной среде», несомненно, имеют научную новизну.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

- реализовано техническое решение, которое позволяет проводить плазменную обработку материалов с низкой электрической проводимостью, в частности, на основе бора и оксида бора в открытой воздушной среде;
- реализовано техническое решение, позволяющее минимизировать долю эрозионного графита в продуктах синтеза;
- экспериментально установлены рабочие параметры процесса плазменной обработки и конфигурация плазменного реактора, обеспечивающие условия для формирования кристаллических фаз карбида бора;
- показана возможность синтеза материалов на основе карбида бора из возобновляемых источников углерода: пиролизированных сосновых опилок и шелухи кедровых орехов; благодаря чему был получен материал с уникальной морфологией.

Достоверность полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертационной работе, обеспечивается использованием современного сертифицированного оборудования, применением методов планирования эксперимента, отсутствием противоречий с общепринятыми физическими законами и представлениями, а также с опубликованными результатами ранее выполненных работ в области синтеза тугоплавких соединений.

Обоснованность научных положений и выводов, сформулированных в диссертационной работе, подкреплена 14 публикациями в различных научных изданиях, в том числе в 2-х статьях в рецензируемых журналах, рекомендованных

ВАК, и в 2-х статьях в журналах, индексируемых в базах Web of Science и Scopus. Результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на Международных и Всероссийских конференциях и форумах.

Научная и практическая значимость полученных автором результатов

Результаты, описанные в диссертационной работе Р.С. Мартынова имеют *научную и практическую значимость*. *Научная значимость* заключается в создании научно-технических основ безвакуумного электродугового синтеза материалов с низкой электрической проводимостью, в частности, порошкового карбида бора и материалов на его основе, а также установлении закономерностей формирования фаз карбида бора.

Практическая значимость работы заключается в создании конструкции разрядного контура, обеспечивающей возможность плазменной обработки прекурсоров с низкой электрической проводимостью, в частности бора и оксида бора, а также определении режимов и граничных условий работы плазменного реактора. Кроме того, автором работы была продемонстрирована возможность вовлечения в процесс синтеза карбида бора возобновляемого углерода (пиролизированных сосновых опилок и шелухи кедровых орехов), благодаря чему был получен порошок карбида бора с уникальной морфологией частиц.

Личный вклад автора состоит в модернизации методики, разработке устройства для синтеза порошкового карбида бора, а также в планировании, постановке и проведении экспериментальных исследований, в проведении аналитических исследований, анализе и обработке данных; в оценке систематических и случайных погрешностей; в совместной с научным руководителем и научным консультантом формулировке выводов и основных выносимых на защиту положений диссертационной работы.

Анализ содержания работы. Соответствие требованиям, предъявляемым к диссертациям

Диссертационная работа изложена на 120 страницах машинописного текста, включающего в себя 57 рисунков, 6 таблиц и приложение на 1 листе. Работа состоит из четырех глав, основных выводов, заключения, и списка цитируемой литературы, включающего 154 наименования.

Во **введении** диссертационной работы обоснована актуальность исследования; сформулированы цель и решаемые при ее реализации задачи; представлены положения, выносимые на защиту; указана научная новизна, научная и практическая значимость работы; приведены сведения о публикации результатов, полученных в диссертационной работе и их апробации на научных конференциях.

Первая глава состоит из литературного обзора в котором проведен анализ современного состояния науки в области методов получения карбида бора и включает в себя два блока. В первом блоке главы приведена и обсуждена равновесная диаграмма углерод – бор, описывается комплекс физических, механических и химических свойств карбида бора и возможности его применения в различных отраслях промышленности.

Во **второй главе** работы описана методология диссертационного исследования. Представлены подробные данные о принципе действия дугового реактора и различные схемы его устройства. Дана информация об использованных в работе материалах и объектах исследования. Приводится описание используемого аналитического оборудования и методов исследования физико-химических и механических свойств.

В **третьей главе** представлен сравнительный анализ конструкций безвакуумного плазменного реактора: с вертикальным расположением электродов; с горизонтальным расположением электродов; с горизонтальным расположением электродов и с дополнительным применением графитовой гильзы и войлочной прокладки. Описаны результаты исследований влияния режимов синтеза (величина силы тока, расстояние от смеси исходных реагентов до дуги, соотношение

исходных реагентов) на синтезируемый порошковый продукт, содержащий карбид бора, при использовании различных конструкций безвакуумного плазменного реактора. Автором проведены и подробно обсуждены результаты структурных исследований продуктов синтеза, выполненных на современном научном оборудовании методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии с определением элементного состава энергодисперсионным методом.

Отдельный раздел главы посвящен исследованиям по использованию в качестве реагентов при синтезе порошкового карбида бора альтернативных источников углерода. Экспериментально установлено, что использование в качестве источника углерода различного сырья, в частности: чешуйчатого ориентированного графита, углеродных микроразмерных волокон, а также пиролизированных сосновых опилок и шелухи кедровых орехов позволяет получать композитные материалы на основе карбида бора и графита с уникальной морфологией, и, кроме того, открывает возможность утилизации такого углерода в составе керамических материалов.

В конце главы сформулированы выводы по результатам исследований.

Четвертая глава включает в себя три блока.

В первом блоке исследуется возможность масштабирования технологии безвакуумного синтеза карбида бора. Экспериментально установлена возможность синтеза 1,2 г карбида бора за один цикл работы безвакуумного плазменного реактора при силе тока 200 А и продолжительности поддержания дуги – 50 с. Стоит отметить, что при исследовании новых технологий синтеза материалов одним из ключевых критериев технологичности является возможность масштабирования процесса, благодаря которому открывается перспектива перехода от лабораторных масштабов получения материалов к промышленным.

Во втором блоке главы приведен сравнительный анализ образцов промышленного порошка карбида бора и синтезированных предлагаемым в работе способом, а также компактов, спеченных из этих порошков методом искрового

плазменного спекания. Экспериментально установлено, что плотность компакта, спеченного из промышленного порошка карбида бора выше, чем из синтезированного порошка карбида бора (98,8 % и 93,6 % соответственно). Вероятно, на этом сказывается отсутствие индивидуально подобранных режимов спекания для каждого из образцов.

Однако, экспериментально установлено, что окисление синтезированного порошкового карбида бора происходит в интервале температур 600-800 °С, а окисление его промышленного аналога проходит в интервале температур 500-600 °С. Автор объясняет это наличием графитовой оболочки на частицах карбида бора, а также наличием поверхностного оксидного слоя, сдвигающих окислительные процессы при термическом анализе в зону более высоких температур.

В третьем блоке главы автор представляет положительные результаты испытания синтезированного порошка, содержащего карбид бора, в качестве материала для притирки деталей машин, что подтверждается наличием акта внедрения результатов диссертационного исследования в реальное производство.

В заключении диссертационной работы сформулированы **основные выводы** по результатам исследований.

Соответствие автореферата основному содержанию диссертации

Автореферат диссертации полностью соответствует содержанию диссертационной работы и включает основные результаты, полученные в работе и следующие из них выводы.

Достоинства и недостатки в содержании и оформлении диссертации

К тексту и результатам, представленным в диссертации, имеются следующие замечания:

1. Не обсуждается экономическая эффективность предлагаемого метода синтеза карбида бора по сравнению с промышленными методами синтеза.

2. Следовало бы привести сравнительную характеристику (по примесям, морфологии, дисперсности и т.д.) порошка карбида бора, получаемого предлагаемым методом, с промышленными порошками.
3. Не обсуждается надежность и достоверность определения доли целевого продукта (73 %) методом рентгеноструктурного анализа сравнением интенсивности главных пиков фаз, присутствующих в продуктах синтеза.
4. Вызывает сомнение вывод о большей стойкости к окислению целевого продукта синтеза (карбида бора) на основе результатов сканирующей термогравиметрии, при которой исследовались образцы со значительной примесью углерода. При нагреве этих образцов смещение начала привеса в сторону более высоких температур, скорее всего связано с окислением продуктов эрозии с образованием летучих соединений углерода, а не с защитным действием углеродной оболочки на частицах карбида бора, как предполагает автор.

В целом работа написана грамотным и ясным языком, но имеются немногочисленные ошибки (приведены два разных рисунка под одним номером - 2.17 и несколько других ошибок), а также имеются замечания по стилистике изложения (стр. 30, 46).

Отмеченные недостатки работы не влияют на основные теоретические и практические результаты диссертационного исследования.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней

Принимая во внимание вышеизложенное, считаю, что диссертация «Синтез карбида бора в дуговом разряде постоянного тока в открытой воздушной среде» является законченной научно-квалификационной работой и отвечает требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, изложенным в п. 2.1 Порядка присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете. Диссертация является законченной научно-

квалификационной работой, а Мартынов Роман Сергеевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Я, **Г.А. Прибытков**, даю свое согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент, Г.А. Прибытков, д.т.н., главный научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных функциональных материалов, Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук.

Адрес: 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/4.

Телефон: +7 (3822) 28-69-67

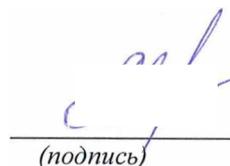
E-mail: gapribyt@mail.ru

Дата « 6 » октября 2023 г.


(подпись)


(расшифровка подписи)

Подпись Г.А. Прибыткова **заверяю**,
Ученый секретарь ИФПМ СО РАН
Матолыгина Наталья Юрьевна, к.ф.-м.н.


(подпись)


(расшифровка подписи)

