

Отзыв

Лысенко Елены Николаевны

дополнительного члена диссертационного совета ДС.ТПУ.03 на диссертационную работу Мартынова Романа Сергеевича «Синтез карбида бора в дуговом разряде постоянного тока в открытой воздушной среде», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Актуальность темы диссертации

В диссертационной работе представлены результаты исследований синтеза порошкового карбида бора в открытой воздушной среде посредством дугового разряда. Выбор в качестве объекта исследования карбида бора представлен автором ввиду исключительных свойств этого материала. Высокая твердость и температура плавления наряду с низкой плотностью, стойкостью к окислению, а также способностью поглощения нейтронного излучения позволяют применять данный материал в различных отраслях: аэрокосмической, машиностроительной, медицинской, ядерной и других. Имеющиеся в настоящее время методы получения карбида бора основываются на процессах синтеза, протекающих в инертной среде или вакууме. Актуальность темы исследования обуславливается отсутствием научных работ по исследованию процессов синтеза карбида бора в дуговом разряде, протекающих в открытой воздушной среде. Закономерности и положения, представленные в работе, открывают перспективы к его получению в промышленных масштабах без применения инертных сред или вакуума, что позволит значительно упростить процесс получения порошкового карбида бора и сократить затраты на покупку и использование сопутствующего оборудования. Ввиду вышесказанного, считаю, что тема диссертационного исследования определенно является актуальной.

Научная новизна

Разработана авторская конструкция плазменного реактора, позволяющая проводить исследования в области плазменной обработки материалов с низкой электрической проводимостью (на основе бора и оксида бора). Экспериментально определен состав газовой смеси, включающий в себя газы CO_2 , CO , NO , NO_2 ; формирующийся в процессе горения дугового разряда между графитовыми электродами в объеме графитового реактора при наличии в нем углерода и бора. Экспериментально подобраны параметры плазменной обработки, гарантирующие формирования кристаллической фазы карбида бора в условиях горения дугового разряда в открытой воздушной среде. Предложено техническое решение задачи минимизации примесей в синтезируемом карбиде бора путем модернизации авторской конструкции плазменного реактора. Впервые получены порошки карбида бора, отличающиеся повышенной окислительной стойкостью по отношению к доступному промышленному аналогу карбида бора, а также порошки на основе карбида бора в углеродной матрице различной морфологии.

Практическая значимость работы

В работе предложена конструкция разрядного контура с отдельной зоной инициирования дугового разряда и реакционного объема, что позволяет обеспечить возможность плазменной обработки сырья с низкой электрической проводимостью. Экспериментально определены граничные условия и рекомендуемые режимы работы плазменного реактора для синтеза карбида бора, а также параметры обработки обеспечивающие нулевое содержание в продуктах синтеза оксидных фаз. Создана автоматизированная система регистрации параметров эксперимента по исследованию процессов получения порошков карбида бора. Реализовано

техническое решение, обеспечивающее возможность удаления из графитового тигля эрозионного углерода с целью минимизации содержания примесей в продуктах синтеза. Экспериментально установлена возможность применения синтезированного карбида бора в качестве абразивных частиц для притирки металлических деталей. Получены экспериментальные образцы на основе порошков карбида бора с повышенной окислительной стойкостью, композитных материалов на основе графита с различной морфологией и карбида бора, керамических компактов, спеченных методом ИПС из синтезированного порошка карбида бора.

Апробация работы

Основные результаты исследований, представленных в работе, обсуждались на конференциях и форумах различного уровня в ведущих центрах страны (Москва, Новосибирск, Казань, Томск, Севастополь и др.) и представлены в 14 публикациях, 2 из которых в издательствах, рекомендованных ВАК, и в 2 статьях, индексируемых базами знаний Web of Science и Scopus. Получены документы, подтверждающие право на результаты интеллектуальной деятельности: патент на изобретение (№ 2700596) и на полезную модель (№ 210733) устройства для получения порошка карбида бора. Образцы порошков, полученных с применением авторской конструкции реактора, прошли апробацию на предприятии ООО «Нанокерамика», что подтверждается актом внедрения.

Личный вклад автора заключается в модернизации методики и реализации устройства для синтеза порошкового карбида бора; в планировании и проведении экспериментальной части исследований; в анализе и обработке полученных в ходе исследований данных; формулировании и обосновании в совместной с научным руководителем и научным консультантом основных выводов и положений, выносимых на защиту.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием современного аналитического оборудования, применением общеизвестных методик анализа данных, а также отсутствием противоречий с ранее опубликованными научными работами.

Анализ структуры и содержания работы

Диссертация состоит из 120 страниц машинописного текста, включающего в себя 6 таблиц, 57 рисунков, одно приложение и список цитируемых литературных источников состоящий из 154 наименований.

Во введении работы обосновывается актуальность темы научно-квалификационной работы. Поставлена цель работы и соответствующие задачи по ее достижению. Приведены сформулированные положения, выносимые на защиту, а также элементы научной новизны и практической значимости работы. Представлены сведения о реализации и апробации работы, методов обеспечения достоверности результатов, личный вклад автора.

Первая глава работы, преимущественно, посвящена анализу современного состояния методов синтеза карбида бора. Меньшая часть главы включает в себя сведения о свойствах карбида бора и возможных областях его применения. Сформулированный вывод по данной главе гласит об отсутствии исследований в области получения карбида бора на открытом воздухе.

Во второй главе работы приведены сведения о применяемых методиках измерений физических величин и применяемым автором исследовательском оборудовании. Очень подробно описан принцип работы безвакуумного реактора, представлены чертежи и схемы его устройства, а также хронология шагов его модернизации. Экспериментально определен качественный и количественный состав газовой среды, формирующийся в условиях горения дугового разряда между графитовыми электродами в полости графитового тигля с исходными реагентами, а также

приведен график изменения содержания газов в зависимости от времени горения дугового разряда. Отдельный график посвящен зависимости концентрации кислорода от времени горения дугового разряда, из которого видно, что нулевое содержание кислорода достигается по достижению 10 секунд с момента инициации дугового разряда. В заключении главы представлено подробное обоснование шагов модернизации безвакуумного экспериментального реактора.

Третья глава работы посвящена экспериментальным исследованиям процесса синтеза карбида бора в безвакуумном плазменном реакторе, и также отражает хронологию шагов модернизации безвакуумного плазменного реактора. В первой части главы рассмотрены результаты (попытки) синтеза карбида бора при вертикальной компоновке экспериментального безвакуумного плазменного реактора. Ввиду низкой электрической проводимости карбида бора (при нормальных условиях) и применение вышеупомянутой компоновке реактора, не удалось достичь стабильного горения дугового разряда, поскольку такая компоновка подразумевает протекание электрического разряда непосредственно через исходные реагенты. Однако, экспериментально установлена возможность синтеза материалов системы Si-B-C при применении данной компоновке экспериментального плазменного реактора.

Во второй части главы представлены результаты исследования синтезированного порошкового карбида бора, полученного в условиях применения горизонтальной компоновки экспериментального безвакуумного реактора. По, совокупности представленных результатов исследований синтезированный частиц однозначно можно утверждать о пригодности применения данной компоновки реактора для получения порошкового продукта содержащего частицы карбида бора уникальной морфологии, с массовым содержанием до 54 %. Остальная массовая часть синтезированного порошкового продукта приходится, преимущественно, на долю графита, эродированного с графитовых электродов (и, вероятно, со стенок графитового тигля) во время воздействия дугового разряда.

Для снижения доли эродированного графита, который попадает в порошковый продукт, в третьей части третьей главы представлены данные о совокупности исследований при последующем шаге модернизации безвакуумного плазменного реактора, заключающийся в применении т.н. «двойного тигля» схема которого приведена во второй главе диссертационной работы.

Четвертая часть третьей главы посвящена исследованию возможности применения различных источников углерода для синтеза порошкового карбида бора: пиролизированных сосновых опилок и шелухи кедровых орехов, а также углеродных волокон и чешуйчатого графита. Экспериментально установлена возможность частиц карбида бора с уникальной морфологией углерода. Экспериментально доказано, что все полученные образцы характеризуются повышенной окислительной стойкостью по отношению к покупному образцу карбида бора, о чем свидетельствует мономодальный пик набора массы в интервале температур 705–729 °С, в то время как у покупного образца при ~600°С.

В **четвертой главе** работы описываются результаты исследований масштабирования процесса синтеза порошкового карбида бора в экспериментальном безвакуумном реакторе, а также практическому применению синтезированного карбида бора.

В первой части четвертой главы представлены результаты исследований, посвященных доминированию фазы карбида бора в порошковом продукте. В результате увеличение массы исходных реагентов до 1,5 г возможно достичь до 73 масс. % карбида бора. При этом, по результатам ДТА также наблюдается повышенная окислительная стойкость по отношению к

покупному образцу карбида бора, что связано автором с отличием в морфологических особенностях частиц порошковых продуктов. Далее, во второй части четвертой главы, представлен сравнительный анализ свойств, спеченных методом ИПС компактов из синтезированного и покупного карбида бора. Приведены сведения о плотности компактов, исходя из которых видно, что образец спеченный из синтезированного карбида бора уступает по плотности образцу, спеченного из покупного порошка карбида бора (93,6 % против 98,8 %), однако, в приведенной автором таблице 4.3 «Сравнение параметров полученных объемных керамических образцов карбида бора с литературными данными» можно наблюдать, что плотность полученного образца из синтезированного карбида бора сопоставима с некоторыми плотными образцами, представленными в других научных работах.

Третья часть четвертой главы посвящена исследованию возможности применения синтезированного карбида бора в качестве абразивного материала для притирки образцов из стали, где показан положительный результат.

В заключении работы представлены основные результаты и выводы.

Содержание автореферата диссертации полностью соответствует содержанию диссертационной работы.

Имеются замечания и вопросы по работе.

1) В п. 2.4 не приводится описание и расшифровка представленных рентгенограмм для исходных порошков. Также в нескольких пунктах (например, п. 3.4) данные рентгенофазовых измерений не сведены в таблицу, что затрудняет восприятие результатов.

2) В рис. 3.17 некорректно представлена химическая формула для карбида бора.

3) В п. 3.4 обсуждение результатов термического анализа по окислению порошков из карбида бора различной предыстории представлено слабо. Здесь можно было оценить расчетное изменение веса по формуле 3.1. Известно также, что температурный интервал окисления порошков зависит от размера частиц. В связи с этим, можно было бы сравнить и обсудить полученные данные по окислению порошков с размерами частиц, разница значений которых существенна для синтезированных в работе порошков карбида бора (50-100 мкм) и промышленного порошка (10-20 мкм).

4) В п. 4.2 не представлен размер спеченных из карбида бора образцов.

5) В тексте диссертации встречаются опечатки, например, на с. 88-89 «Полученный порошок был подвергнут дифференциальному термическому анализу (ДТА) с целью определения максимальной скорости протекания реакции окисления, которая составила ~752 °С...».

6) Работа в целом выглядела бы лучше, если бы автор сделал в заключении рекомендации по возможным способам улучшения характеристик керамических образцов, спеченных из полученных по предлагаемой методике порошков карбида бора.

Указанные замечания не снижают высокой оценки полученных соискателем результатов и значимости диссертационной работы в целом.

Соответствие диссертации и автореферата паспорту специальности.

По тематике, объектам и области исследования, разработанным автором новым научным положениям, научной и практической значимости, диссертация соответствует научной специальности 1.3.8 - физика конденсированного состояния (технические науки) согласно следующим пунктам паспорта: п.1 «Экспериментальное изучение физической природы и свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и, в том числе, материалов световодов как в твердом (кристаллы, поликристаллы), так и в аморфном состоянии в

зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления», п.2 «Изучение экстремального состояния конденсированных веществ (сильное сжатие, ударные воздействия, изменение гравитационных полей, низкие и высокие температуры)», п.6 «Установление закономерностей влияния технологии получения и обработки материалов на их структуру, механические, химические и физические свойства, а также технологические свойства изделий, предназначенных для использования в различных областях промышленности и медицины».

Заключение

На основании вышеизложенного, можно сделать вывод о том, 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, а ее соискатель – Мартынов Роман Сергеевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Я, Е.Н. Лысенко, даю свое согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Доктор технических наук, заведующий Проблемной научно-исследовательской лабораторией электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Адрес: 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30

Телефон: +7 (3822) 701777 вн. 3478

E-mail: lysenkoen@tpu.ru

Дата «09» октября 2023 г.

 /Лысенко Елена Николаевна/
(подпись) (расшифровка подписи)

Подпись Е.Н. Лысенко заверяю,
И.о. проректора по науке и стратегическим проектам
Национального исследовательского Томского
политехнического университета
Гоголев Алексей Сергеевич

 /Гоголев Алексей Сергеевич/
(подпись) (расшифровка подписи)

