

УТВЕРЖДАЮ:

Директор, академик РАН,

профессор, доктор физ.-мат. наук

А.А. Ремпель

«01» октября 2020г

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

о диссертационной работе Лебедева Алексея Сергеевича

«Карботермический синтез ультрадисперсного карбида кремния и
применение его для упрочнения сплавов»,

представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук

по специальности 02.00.04 -Физическая химия.

Актуальность темы.

Карбид кремния (SiC) в последние десятилетия нашёл свое применение не только в качестве абразивного материала, но и как основа для получения керамик, сочетающих в себе совокупность уникальных физических характеристик. Поэтому важное значение имеет проблема синтеза карбида кремния микро- и нано дисперсного размера, поскольку при таком размере он обладает уникальными физико-механическими свойствами для создания новых нанокерамик и получения армированных материалов с повышенной износостойкостью, твердостью и прочностью. Существующие методы синтеза позволяют получать такой карбид кремния только в малых объемах, при этом технологии получения являются сложными и дорогостоящими. В связи с вышеизложенным, диссертационная работа Лебедева А. С., посвященная разработке и реализации эффективного способа синтеза карбида кремния, безусловно, актуальна.

Научная новизна заключается в том, что впервые был получен волокнистый материал, структурно соответствующий 3C-SiC модификации карбида кремния при карботермическом синтезе в реакторах с защитной атмосферой. Проведенное исследование позволило получить ряд новых научных результатов:

- Подтверждена гипотеза о синтезе карбида кремния по предложенной методике через образование промежуточной газовой фазы монооксида кремния (SiO), что позволяет контролировать размер частиц получаемого SiC.
- Проведённое термодинамическое моделирование процесса синтеза при температурах 1400-1700°C показало необходимость наличия избыточного углерода в шихте для стабильного образования газовой фазы. Определены теоретическая температура начала синтеза при данных условиях, а также соотношения исходных компонентов, позволяющих получить максимальное количество конечного продукта.
- Введение волокнистого карбида кремния в матричные сплавы на основе магния и алюминия в объеме от 0,1% позволяет уменьшить размер зерна и тем самым повысить их микротвёрдость и другие физико-механические свойства.

Научная и практическая значимость диссертационной работы Лебедева А. С. состоит в следующем. Полученные данные об объемах и составе газообразных продуктов, образующихся в реакторе в процессе синтеза, позволяют получать карбид кремния в печах сопротивления, работающих в атмосфере воздуха. Определенные параметры при термодинамическом моделировании подтверждаются экспериментами и позволяют получить на выходе продукт с минимальными последующими операциями по очистке. На основе предложенного способа синтеза и технологической схемы можно разработать технологию для получения карбида кремния в достаточно большом объеме.

Достоверность и обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, обеспечиваются

повторяемостью результатов, использованием апробированных вычислительных программных пакетов и сравнением с известными экспериментальными и теоретическими данными.

По результатам диссертационной работы получен патент на изобретение. Основные результаты исследования опубликованы в 24 статьях и журналах, в том числе 6 индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus. Результаты диссертации представлены на 8 международных конференциях.

Общая характеристика диссертационной работы

Диссертационная работа, объемом 121 страницы машинописного текста, состоит из введения, пяти глав и списка литературы из 118 наименований.

Во введении к диссертации обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, изложены основные положения, определяющие научную новизну и практическую значимость

В первой главе дан обзор основных свойств карбида кремния, приведена фазовая диаграмма состояния Si-C, на основе литературных данных рассмотрен политипизм и процесс фазового перехода β -SiC в α -SiC. Описаны основные способы получения карбида кремния. Дана оценка их достоинств и недостатков.

Во второй главе описаны применяемым в работе источники углерода и кварцевого материала, оборудование, используемое для высокотемпературного синтеза. Подробно рассмотрена применяемая в работе методика создания защитной атмосферы в реакционном тигле. Дано описание процедуры замешивания SiC в матричный расплав, описана аппаратура и методы анализа полученных материалов.

В третьей главе приведены результаты экспериментов по апробации предложенной конструкции тигля для проведения карботермического синтеза. Использование в качестве источника кварца и графита высокочистые

материалы и проведённые работы по очистке от исходных непрореагировавших компонентов позволили получить карбид кремния с чистотой 0,01%.

В четвертой главе представлен и обсужден результат термодинамического моделирования в системе Si-C-O, проведенного с целью подбора параметров синтеза и соотношений исходных компонентов для получения максимального выхода синтезируемого SiC. В ходе расчетов показана необходимость наличия избыточного углерода в исходной шихте для стабильного образования газовой фазы, выполняющей роль защитной атмосферы в реакционном тигле в процессе синтеза.

В пятой главе описаны эксперименты по получению керамических и металлокерамических материалов. Показано что в процессе синтеза в предложенном реакторе возможно получать самосвязанную керамику, а использование дополнительного связующего позволяет повысить прочность получаемых блоков. Проведенные исследования металлокерамики на основе Mg и Al, полученные жидкофазным способом, показывают равномерное распределение SiC в объеме образцов. Введение в матричный сплав МЛ5ПЧ карбида кремния позволило уменьшить размер зерна и тем самым повысить механические свойства.

Автореферат диссертации отражает ее основное содержание, актуальность, научную новизну и другие ключевые моменты.

Результаты диссертации могут быть использованы для создания опытно-промышленной технологии синтеза карбида кремния необходимого объема с заданным грансоставом и химической чистоты. Результат термодинамическое моделирование системы Si-O-C согласуется с экспериментами и показывает возможность синтеза по предложенной методики в печах сопротивления с рабочей температурой до 1700°C с использованием в качестве защиты образующийся в ходе реакции газ CO.

Замечание по диссертации

1. В литературном обзоре не обоснована и не сформулирована необходимость физико-химических исследований.
2. В пунктах автореферата и диссертации, характеризующих работу, а именно - Цель работы, Научная новизна, Основные положения, выносимые на защиту, очень слабо представлены положения, соответствующие паспорту специальности 02.00.04 – физическая химия, характерные для диссертации кандидата химических наук. Судя по формулировке цели, задач и научной новизны, работа имеет направленность на разработку технологии и было бы более целесообразно защищать диссертационную работу по этой же специальности, но на соискание ученой степени кандидата технических наук
3. В главах 3-5 в выводах не отражены результаты, характеризующие научную новизну материала по структуре, термодинамике и кинетике процесса синтеза.
4. В тексте диссертации встречаются отдельные неудачные выражения, не соответствующие химическому профилю работы. Например, на стр 12. – «пленка кремнезема...» и др.

Заключение

Диссертационная работа Лебедева А.С. «Карботермический синтез ультрадисперсного карбида кремния и применение его для упрочнения сплавов», является законченным научно-квалификационным исследованием, в котором решена актуальная задача разработки физико-химической основы процессов химической технологии синтеза карбида кремния требуемой химической чистоты. Диссертационная работа выполнена с применением современных методов и теоретических подходов, по содержанию соответствует специальности 02.00.04 – Физическая химия, а так же соответствует критериям п. II п.п. 9-14 «Положение о порядке присуждения ученых степеней», утвержденном Постановлением Правительства РФ от

24.09.2013 842 (ред. от 01.10.2018), а её автор, Лебедев Алексей Сергеевич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 - «Физическая химия».

Диссертация обсуждена на расширенном научном семинаре сотрудников Отдела материаловедения ИМЕТ УрО РАН «23» сентября 2020 года (протокол 1/20). На семинаре присутствовали 37 человек. Результаты голосования по проекту отзыва: «за» 36, «против»- нет, «воздержались» - 1 .

Отзыв подготовил Шубин Алексей Борисович, доктор химических наук.
Зав. лабораторией физической химии металлургических расплавов ИМЕТ УрО РАН.
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 101

Тел./факс: 343 2329138. E-mail: fortran@list.ru



<http://www.imet-uran.ru>

Подпись зав. лабораторией, доктора химических наук Шубина Алексея Борисовича удостоверяю,

Ученый секретарь ИМЕТ УрО РАН, к.х.н



А.В. Долматов