

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Лебедева Алексея Сергеевича «Карботермический синтез ультрадисперсного карбида кремния и применение его для упрочнения сплавов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 -Физическая химия

### **Актуальность темы исследования.**

Диссертация А.С. Лебедева посвящена разработке способа синтеза карбида кремния (SiC) 3С модификации, заданной чистоты и гранулометрического состава в тиглях с автономной защитной атмосферой.

Уникальные термические и механические свойства карбида кремния обуславливают его широкое применение при создании новых функциональных материалов конструкционного назначения с использованием методов упрочнения введением твёрдых частиц. В настоящее время известно более 120 политипов карбида кремния, среди которых промышленное производство получили лишь 3С, 6Н и 4Н структурные модификации. В современных тенденциях по разработке методов упрочнения функциональных керамических материалов, направленных на применение, более привлекательна 3С модификация карбида кремния. Для получения ультрадисперсного и наноструктурированного порошка данной модификации разработаны различные методы синтеза, обеспечивающие получение этого продукта лишь в небольших количествах. Его производство в больших объемах потребовало разработки простой и более эффективной технологии. Для синтеза карбида кремния высокой чистоты необходим выбор наиболее приемлемых природных и синтетических материалов, как углерод содержащих материала, так и SiO<sub>2</sub>. Использование чистого природного сырья с заданным гранулометрическим составом позволяет получать карбид кремния заданной чистоты, а также устранить влияние примесных элементов на процесс образования модифицированного SiC. Поэтому разработка и совершенствование технологий получения дисперсного карбида кремния 3С-SiC модификации с привлечением результатов моделирования процесса синтеза, а также его использование в качестве наполнителя в сплавах и специальной конструкционной керамике являются актуальными задачами. И содержание рассматриваемой диссертации в полном объеме отражает результаты исследований, направленных на их решение.

**Научная новизна и практическая значимость** работы заключается в изучении возможности получения карбида кремния с волокнистой структурой в реакторах с защитной атмосферой, создаваемой непосредственно в ходе протекания реакций синтеза. Термодинамическое моделирование условий синтеза в предложенных параметрах способствуют разработке низкотемпературной технологии с максимальным выходом конечного продукта с требуемыми параметрами.

## **Структура и содержание диссертации.**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованных литературных источников из 118 наименований. Содержит 121 страницу текста, включая 77 рисунка и 22 таблицы. Диссертация является завершённым научным исследованием. В ней обоснованы постановка задач, выбор методов исследования, ясно изложены основные результаты, приведено сравнение с литературными данными и четко сформулированы положения, выносимые на защиту.

**Во введении** отражены цель и задачи работы, ее актуальность, научная новизна, практическая значимость, методология и методы диссертационного исследования, сформулированы положения, выносимые на защиту, сведения о финансовой поддержке, апробации работы, достоверности полученных результатов, личном вкладе автора, список публикаций по теме диссертации и благодарности автора.

**В первой главе** приведен литературный обзор по теме, и данные предшествующих исследований, описаны химические, механические и физические свойства карбида кремния различных политипов. Приведены данные по исследованию его кристаллической структуры, а также фазовых переходов между разными политипами SiC. Приведенный обзор также содержит основные, применяемые в настоящее время способы синтеза карбида кремния.

**Во второй главе** дано описание используемых материалов и применимого для их получения высокотемпературного оборудования, а также способы создания автономной защитной атмосферы в реакционном пространстве. Приведены методики очистки концентратов графита, кварца и полученного SiC от примесных компонентов после его синтеза. Дано описание применённых технологий замешивания карбида кремния в матричные сплавы для получения металломатричных композитов. Перечислено применяемое аналитическое оборудование, подробно изложена методика термодинамического расчёта фазовых равновесий в системе Si-C-O.

**В третьей главе** описываются эксперименты по синтезу карбида кремния по предложенной методике. В ходе проведенных экспериментов получен карбид кремния, соответствующий 3С модификации и отличающийся волокнистой структурой с большой удельной поверхностью. Проведен экспериментальный подбор соотношений исходных компонентов и времени синтеза для получения максимального выхода годного целевого продукта. На основе полученных данных предложена технологическая схема синтеза карбида кремния, которая может быть использована для перехода от лабораторного синтеза к промышленному производству.

**В четвертой главе** представлены результаты термодинамической оценки и проведено компьютерное моделирование фазовых равновесий в системе Si-C-O, рассмотрены основные возможные реакции, протекающие в ходе карботермического синтеза. Доказана необходимость наличия избыточного углерода в исходной шихте для обеспечения стабильного образования газовой фазы как защитной атмосферы в реакторе.

**В пятой главе** приводится описание экспериментов по практическому применению полученного карбида кремния для упрочнения функциональных металлических и керамических материалов. Приведены результаты работ по введению SiC в расплав магния и сплава МЛ5ПЧ на его основе, а также в алюминий марки А0. Введение SiC в указанные материалы в качестве армирующей добавки позволяет существенно увеличить их микротвёрдость и улучшить механические свойства. Описан также положительный результат возможности получения самосвязанной керамики в процессе синтеза карбида кремния 3С модификации в тиглях с автономной защитной атмосферой.

По результатам исследований получен патент на изобретение. Материалы диссертации опубликованы в 24 печатных работах, в том числе 7 из них в перечне журналов и изданий, рекомендованных ВАК при Министерстве науки и высшего образования Российской Федерации. 6 статей опубликовано в журналах, индексируемых Scopus и WoS., 8 – в виде тезисов докладов на международных и всероссийских конференциях.

#### **Замечания по диссертации.**

1. Следовало более подробно обосновать необходимость высокочистых исходных компонентов для получения целевого продукта, применяемого в качестве армирующей составляющей керамики и сплавов. Тем более, что приведённые в работе методы их очистки значительно усложняют синтез целевых продуктов.

2. Процесс получения металлокерамических композитов на основе алюминия и магния желательнее сопроводить результатами анализа параметров смачивания и приповерхностной адгезии, влияющих на их прочность. Уместны были бы также результаты по взаимодействию агломератов карбида кремния с матричными расплавами в зависимости от температуры.

3. Получение керамики на основе карбида кремния с использованием связующего представлено фрагментарно и нуждается в продолжении исследований для перспективы ее практического приложения.

4. Наряду с  $C/(C+SiO_2)$  необходимо было, используя методику и методологию термодинамического обоснования карботермии оксида кремния, оценить и такие исходные соотношения, как  $SiO_2/(C+SiO_2)$ ,  $(C/Si)$ .

#### **Общие выводы и заключение**

Сделанные замечания не влияют на положительную оценку выполненной работы в целом. Практическая и высокая научная значимость ее результатов не вызывают сомнений. Четко сформулированные выводы последовательно и обоснованно соответствуют полученным результатам.

Представленная к защите диссертация является законченным научно-квалификационным исследованием. Она содержит новые сведения, представляющие научный интерес в области физической химии. Их практическая значимость связана с

решением технических и технологических задач в общей карботермии. Содержание диссертации в достаточной степени отражено в научных публикациях. Автореферат соответствует содержанию диссертационной работы и представляет основные ее результаты.

Таким образом, рассматриваемая диссертация «Карботермический синтез ультрадисперсного карбида кремния и применение его для упрочнения сплавов» соответствует паспорту специальности 02.00.04 – «Физическая химия» в пунктах 2, 10 областей исследования, а также требованиям, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, сформулированных в критериях 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 ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – «Физическая химия».

Согласен на обработку персональных данных.

Официальный оппонент доктор химических наук, профессор, член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник Лаборатории химии соединений редкоземельных элементов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук (ИХТТ УрО РАН), ул. Первомайская, 91, г. Екатеринбург, 620990  
Сл. Тел. 8 (343) 374-59-52; e-mail: [Bam@ihim.uran.ru](mailto:Bam@ihim.uran.ru)

 / Бамбуров Виталий Григорьевич

Подпись Бамбурова В.Г. заверяю

Ученый секретарь ИХТТ УрО РАН, кандидат химических наук.



 / Богданова Екатерина Анатольевна

Дата «23» сентября 2020 г.