

## **ОТЗЫВ**

официального оппонента Порозовой Светланы Евгеньевны на диссертационную работу Павлова Александра Викторовича на тему «Синтез и исследование свойств бериллиевой керамики, модифицированной наночастицами диоксида титана» представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы

### ***Актуальность темы диссертационной работы***

Появление в конце прошлого века новых приборов, позволяющих визуализировать нанообъекты не только в жидкостях и прозрачных средах, но в твердых непрозрачных материалах, позволило открыть широкие возможности для существенного изменения характеристик известных материалов за счет получения новых композитов с наночастицами различного состава. В частности, выявленный на поверхности наночастиц немагнитных оксидов ферромагнетизм позволяет заложить основы получения и исследования новых материалов для использования при разработке современных систем дальней связи, радиолокации и навигации. Имеющихся в литературе данных пока недостаточно для формирования четкого представления о процессах получения устойчивой к деградации микроструктуры и свойств керамики, в том числе так необходимой для развития электронной промышленности керамики на основе оксида бериллия, что делает исследования в этой стратегически важной отрасли актуальными.

Цель работы – разработка технологии получения керамики на основе микропорошка оксида бериллия с добавками микро- и нанопорошков диоксида титана и изучение физико-химических основ этих процессов.

### ***Анализ содержания диссертации***

Во введении приводится актуальность и степень разработанности темы исследования, изложены цель и задачи работы, приведены научная новизна диссертации, теоретическая и практическая значимости работы, обзор методов исследований, положения, выносимые на защиту, степень достоверности результатов, сведения об апробации результатов работы, о публикациях, личный вклад соискателя, данные об объеме и структуре работы.

**Первая глава** диссертации посвящена обзору литературы в области исследований керамики на основе оксида бериллия. Рассмотрены и обобщены данные о влиянии на свойства и структуру керамики компонентного состава, дисперсности и добавок. Дан подробный аналитический обзор актуальной литературы по теме исследования, приведены

технологические схемы производства, основные свойства поглотительных керамических материалов СВЧ диапазона. Показаны перспективы развития и область применения СВЧ керамики.

*Во второй главе* приводится описание общей методологии и методов исследования структуры и свойств образцов керамики, исходных материалов и порошковых смесей.

*В третьей главе* описана технология изготовления керамики, показано влияние наночастиц  $TiO_2$  на основные реологические свойства литейного шликера. Показано, что повышение температуры спекания керамики с содержанием 0,1 – 2,0 (мас.) % нано  $TiO_2$  до 1550 °C сопровождается превращением кристаллической структуры соединения  $TiO_2$  в электропроводящее соединение  $Ti_3O_5$ . Выявлены основные электропроводящие фазы, образующиеся в результате самопроизвольно протекающих химических реакций в исследуемом композиционном материале. Предложена модель поглощения СВЧ-электромагнитного излучения на образцах, содержащих наночастицы  $TiO_2$  многократным переотражением излучения внутри и на плоскости частиц в диапазоне частот 100 Гц – 100 МГц.

*Четвертая глава* посвящена исследованиям электрических и диэлектрических характеристик методом импедансной спектроскопии. Впервые проведены исследования такой керамики в диапазоне частот от 100 Гц до 100 МГц. Выявлено снижение значения модуля импеданса и стабильность диэлектрических характеристик нанокомпозитной керамики после восстановительного обжига в атмосфере водорода, вследствие образования фазы  $TiH$  в интервале частот 100 – 5·10<sup>4</sup> Гц. Составлена таблица зависимости кажущейся плотности, модуля импеданса, удельной проводимости, диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь от температуры спекания и концентрации наночастиц  $TiO_2$ , данные которой демонстрируют возможности управления электрофизическими свойствами синтезированного материала

*В заключении* обобщены результаты, полученные в работе.

### *Научная новизна работы* заключается

- в определении закономерностей массопереноса и формирования микроструктуры в ходе спекания системы ( $BeO+TiO_2$ ), модифицированной наночастицами  $TiO_2$  от 0,1 до 2,0 (мас.) %;
- в установлении факта повышения диффузационной подвижности наночастиц  $TiO_2$  по межфазным границам, снижении пористости и повышении плотности, микротвердости, механической прочности керамики;
- в исследовании механизма повышения электрофизических свойств композиционной керамики;

- в определении закономерностей трансформации кристаллической структуры BeO в икосаэдрическую форму с изменением плотности электронных состояний, появления ферромагнетизма, поглощения электромагнитного излучения в присутствии слабого магнитного поля.

### *Теоретическая и практическая значимость работы*

Теоретическая значимость работы заключается в развитии представлений о роли добавок нанодисперсного диоксида титана при формировании микроструктуры керамики на основе оксида бериллия. Дальнейшее развитие научной идеи диссертационной работы может оказаться полезным в разработке теории и практики создания композиционных материалов для современных систем дальней связи, радиолокации и навигации.

На основе установленных закономерностей разработана технология изготовления керамики на основе оксида бериллия с добавкой наночастиц TiO<sub>2</sub>, рекомендованы режимы получения материала с заданными характеристиками и свойствами, проведены опытно-промышленные испытания. Получены патент на изобретение и акт внедрения результатов диссертационной работы на предприятии ТОО «ПФ «BEST» (Приложения).

### *Степень достоверности результатов работы:*

Результаты работы подтверждаются использованием известных физико-химических методов исследования с применением современного аттестованного оборудования. Выносимые на защиту научные положения, выводы и заключения являются обоснованными и достоверными и не противоречат современным положениям материаловедения. Публикации автора в научных журналах соответствуют содержанию диссертации и отражают научные и практические результаты работы.

### *Общая оценка содержания диссертации*

Диссертационная работа состоит из 146 страниц и двух приложений, включает 69 рисунков, 24 таблицы. Список цитируемой литературы состоит из 158 наименований. По теме научной работы опубликовано 20 работ, в том числе 8 публикаций в периодических изданиях, рекомендованных ВАК, 6 публикаций в журналах, входящих в базы цитирования Web of Science и Scopus, 8 докладов по итогам участия в научных семинарах и конференциях, получен патент на изобретение. Диссертация соответствует паспорту специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

**Замечания по диссертационной работе:**

1. Дата, указанная на титульном листе диссертации не соответствует реальности.
2. Приведенные рентгенограммы (рис. 2.4; 2.6 и т.д.) практически не читаемые. Это как раз один из случаев, когда полученные на приборе данные необходимо дорабатывать при подготовке иллюстраций. Рентгенофазовый анализ (рис. 2.4) не позволяет определить примеси в указанном в табл. 2.3 количестве. Точность метода существенно меньше.
3. Серия вопросов по методикам измерений и приборам возникает после знакомства со второй главой. Обычно указывают ГОСТ (большинство примененных методик его имеют). Определение «по заводской методике» в данном случае только усложняет понимание. Приборы в большинстве случаев также не указаны, т.е. возможности проверить насколько корректно проведены манипуляции нет. Например, удельную поверхность определяли явно на двух разных приборах различными методами, но, по крайней мере, перевод полученных данных в единую систему не был проведен.
4. В таблицах (3.3; 3.4) отсутствуют доверительные интервалы. Определить с точностью до 3 знака после запятой пористость, используя стандартные методики также вряд ли возможно.
5. Аналогично вызывает сомнения и то, что величина микротвердости 9,56 ГПа, действительно, отличается от 9,6 и 9,4 ГПа. Не следует забывать, что предложенный вариант введения нанопорошка не исключает локальной неоднородности распределения диоксида титана в материале и соответственно наличия определенного разброса измеряемых величин.

Указанные недостатки не влияют на общую положительную оценку работы А.В. Павлова.

**Заключение:**

Диссертационная работа Павлова А.В. «Синтез и исследование свойств бериллиевой керамики, модифицированной наночастицами диоксида титана» является завершенной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно-обоснованные решения, связанные с потребностями отечественного приборостроения в разработке современных систем дальней связи, радиолокации и навигации. Диссертация соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении учёных степеней» постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а её автор Павлов Александр Викторович достоин присуждения учёной степени

кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

## **Официальный оппонент:**

профессор кафедры механики композиционных материалов и конструкций аэрокосмического факультета ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ), доцент, д-р техн. наук по специальности 05.16.06

Сиг Порозова Светлана Евгеньевна

### Контактная информация:

Почтовый адрес: 614990, Россия, г. Пермь, Комсомольский пр., д. 29, кафедра МКМК  
эл.адрес: [sw.porozova@yandex.ru](mailto:sw.porozova@yandex.ru); [seporozova@pstu.ru](mailto:seporozova@pstu.ru); телефон: 89504458919.

Подпись С.Е. Порозовой заверяю

Ученый секретарь Ученого совета ПНИПУ к.ист.н.

(Макаревич В.И.)

«24» апреля 2023 года

