## ОТЗЫВ

официального оппонента Ноздрина Игоря Викторовича на диссертацию Ушакова Анатолия Васильевича на тему «Плазмохимический синтез нанодисперсных и нанокомпозиционных материалов в плазме дугового разряда низкого давления» по специальности 05.16.06 — порошковая металлургия и композиционные материалы на соискание ученой степени доктора технических наук

Интерес наноразмерным синтетическим материалам устойчиво сохраняется в отечественной и зарубежной научной и технологической практике уже более 40 лет. В современных условиях освоение нанотехнологий определяет уровень конкурентоспособности государств в мировом сообществе и степень обеспечения ИХ национальной безопасности. Комплекс физико-химических свойств, обусловленных особой «физикой поверхности» нанодисперсных материалов, открывает все новые и новые области их применения. Такие материалы широко востребованы современным материаловедением, как в чистом виде, так и в составе композиций. Анализ мировой практики показывает, что среди наиболее перспективных направлений получения наноразмерных порошков следует отметить газофазный синтез, позволяющий получать широкую номенклатуру новых материалов, различающихся по химическому и фазовому составам, дисперсности, комплексу потребительских свойств. Однако применение данной технологии сдерживается ее многоступенчатостью, низкой производительностью, сложностью управления процессами синтеза и свойствами получаемых материалов. В связи с этим следует отметить несомненную актуальность работ по изучению и развитию процессов, вакуумно-плазменных позволяющих расширить возможности газофазного синтеза тугоплавких нанопоршков на примере кислород- и углеродсодержащих соединений титана и меди за счет регулирования условий

генерации активной плазмы и параметров формирования нанодисперсных частиц и композитов.

Исходя из вышесказанного видится абсолютно закономерной постановка цели исследования Ушакова А.В. – разработка научных основ направленного плазмохимического синтеза нанодисперсных и нанокомпозиционных материалов на основе тугоплавких неорганических соединений в плазме дугового разряда низкого давления в различных реакционных средах и исследование свойств физико-химических полученных материалов. Для достижения поставленной цели сформулированы 6 основных научно-технических задач, комплекс решения которых составил масштабное диссертационное исследование соискателя.

Концепция и основная идея диссертации заключается во всестороннем и последовательном исследовании с применением методов математического моделирования процессов плазмохимического синтеза оксидов титана, циркония и меди, карбидов, включающих: моделирование влияния физических процессов прикатодной области на дисперсность, морфологию и фазовый состав продуктов; разработку и проверку механизма зарождения и роста наночастиц в прикатодной области вакуумной дуги; формирование оптимальных условий проведения плазмохимических реакций; изучение физико-химических технологических свойств полученных материалов; определение возможности продуктов синтеза ДЛЯ создания фотокаталитических сверхпроводящих материалов. Примененный комплексный подход явился методологической основой ДЛЯ достижения цели работы и решения поставленных задач.

В целом работа стала обобщением многолетних исследований диссертанта и научной школы СФУ в области плазмохимического синтеза и является существенным вкладом в развитие научных представлений об особенностях формирования тугоплавких наночастиц в плазме дугового разряда. Работа выполнялась в рамках федеральной целевой программы «Исследования и

разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы».

Представляется, что наиболее значимыми являются следующие результаты диссертационной работы:

- Представлена математическая модель физических процессов в прикатодной области вакуумной дуги, основанная на положении о поддержке термических процессов искровыми разрядами в среде металлического пара материала катода с образованием лавинно-стримерного перехода, позволяющая определить достаточные условия подобия для различных технологических вариантов;
- Разработана математическая модель взаимодействия дисперсных частиц с нагретым буферным газом в прикатодной области, описывающая условия эффективного испарения микрокапельной фракции за счет конвективного теплообмена;
- Предложен механизм смешанного коагуляционного и диффузионного формирования наночастиц из смеси плазмы и пересыщенного пара;
- Установлена взаимосвязь размеров образующихся частиц и напряжения в разрядном промежутке испарителя от давления газовой среды различного химического состава в диапазоне давлений 10-200 Па, позволяющая сделать вывод о подобии физических процессов синтеза наночастиц в дуговом разряде для различных материалов;
- Установлено влияние химического состава и давления реакционной среды на кинетические особенности плазмохимического синтеза и фазовый состав получаемых продуктов;
- Разработан метод получения новых композиционных материалов на основе поликристаллических высокотемпературных сверхпроводников, содержащих до 20% наночастиц оксида меди плазмохимического синтеза, позволяющий существенно увеличить критическую плотность тока сверхпроводников;

- Создан плазмохимический реактор и определены оптимальные условия для синтеза нанодисперсных материалов на основе соединений титана и меди в плазме дугового разряда низкого давления;
- Разработана технологическая оснастка для получения новых композиционных материалов, обеспечивающая нанесение нанодисперсных продуктов плазмохимического синтеза на поверхность различных порошковых материалов.

Указанные результаты подтверждают обоснованность положений, выносимых автором на защиту, а также выводов и рекомендаций, сформулированных в заключении. Представленные материалы свидетельствуют о достижении поставленной в работе цели.

К новым научным результатам, полученным автором, можно отнести следующие положения:

- Установлена взаимосвязь между размером наночастиц и условиями синтеза, достигаемого в плазменном реакторе напряжения в разрядном промежутке испарителя и давления исходной газовой смеси;
- Изучены и описаны особенности физических процессов в прикатодной области вакуумной дуги;
- Предложен вариант механизма смешанного коагуляционного и диффузионного формирования наночастиц из кластерной плазмы и пересыщенного пара;
- Выявлено влияние технологических параметров плазмохимического синтеза теплового состояния катода, состава и давления газовой фазы, на формирование кристаллических нанодисперсных фаз оксидов титана и меди, а также карбида титана;
- Определены количественное и качественное влияние наноразмерных порошков оксида меди на сверхпроводящие свойства поликристаллических композитов на основе  $YBa_2Cu_3O_{7-y}$ .

Достоверность результатов и выводов в диссертации подтверждается научной обоснованностью поставленной задачи, применением современных, хорошо зарекомендовавших себя методов исследования как процессов

плазмохимического синтеза, так и свойств нанопорошковых материалов, удовлетворительным согласованием результатов теоретических и экспериментальных работ автора. Представленные материалы дополняют и развивают современные представления о процессах, протекающих в дуговых разрядах, и хорошо согласуются с выводами других исследователей.

Основные положения, полученные результаты и выводы диссертационной работы обсуждались на многочисленных всероссийских и международных конференциях. Разработанное автором технологическое оборудование внедрено в учебный процесс в «Красноярском государственном техническом университете» и в производство в ОАО «СИБМЕТТЕХ».

Рецензируемая диссертационная работа представляет собой завершенное исследование, имеющее большую научную и практическую ценность. Диссертация содержит 255 страниц основного текста, приложения на 5 страницах, список литературы из 215 наименований на 27 страницах.

По материалам диссертации опубликованы 50 печатных работ, в том числе 1 монография, 40 статей в журналах, рекомендованных ВАК для опубликования результатов докторских диссертаций, получено 5 патентов РФ, созданы и зарегистрированы 3 программы для ЭВМ.

Автореферат достаточно полно раскрывает содержание, отражает структуру диссертационной работы и полностью соответствует основным положениям диссертации.

## Замечания по диссертации:

- Название работы недостаточно точно отражает её содержание. Прежде всего, это относится к ключевой фразе «плазмохимический синтез». В диссертации не анализируются химические и энергетические параметры плазмы и не рассматриваются процессы химического взаимодействия между компонентами за исключением оценки фактов влияния состава углеводородов на выход карбида титана (стр. 208-209).
- Химический состав является ключевым параметром при аттестации продуктов синтеза, однако в диссертации не предусматривается проведение

химического анализа полученных образцов, хотя констатируется факт возможного влияния химического состава образцов на их удельную поверхность (стр. 102-103);

- Фазовый состав полученных продуктов определяется по соотношению интенсивности пиков на рентгенограммах (стр.108). Представляется ошибочным суждение о фазовом составе нанопорошков только по результатам рентгеновского анализа, из-за возможной рентгеноаморфности целого ряда продуктов синтеза;
- На стр. 114 диссертации приведена оценка взаимодействия капель продуктов эрозии катода с буферным газом. Предлагаемая модель предполагает взаимодействие одиночной капли с ламинарным потоком газа в условиях установившегося теплообмена и не учитывает скрытую теплоту испарения материала. Данные допущения существенно влияют на погрешность результатов расчетов и, как показывает опыт подобных расчетов для струйных плазменных процессов, могут достигать 30% в случае консолидированного теплообмена для группы частиц.
- В работе не приводятся ни технико-экономические показатели разработанных процессов, ни сравнительные характеристики полученных нанодисперсных порошков. В приложении приводятся только акты, констатирующие внедрение экспериментальной и опытно-промышленной установок в учебный процесс и производство. По этим данным невозможно, в полной мере, оценить эффективность и перспективность предлагаемой технологии.

Перечисленные замечания не снижают общей положительной оценки работы, выполненной на высоком научном уровне и решающей важную практическую задачу - получение тугоплавких нанодиспресных порошковых материалов, обладающим уникальным комплексом физико-химических свойств.

## Общее заключение по диссертации:

Диссертационная работа Ушакова А.В. соответствует специальности 05.16.06 — порошковая металлургия и композиционные материалы, имеет внутреннее единство и является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены научно обоснованные технические и технологические решения по реализации процессов плазмохимического синтеза нанодисперсных и нанокомпозиционных материалов на основе тугоплавких соединений титана, циркония и меди в плазме дугового разряда низкого давления, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны.

Диссертация отвечает требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013г. №842, а ее автор Ушаков Анатолий Васильевич достоин присуждения ученой степени доктора технических наук.

Профессор кафедры «Металлургия цветных металлов и химическая технология» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Сибирский государственный индустриальный университет», доктор технических наук, доцент

Ноздрин Игорь Викторович

10.11.2016

Почтовый адрес: 654007, Новокузнецк, улица Кирова, 42, Сибирский государственный индустриальный университет.

Телефон: 8(3843) 74-89-13.

Электронный адрес: kafcmet@sibsiu.ru.

Подпись профессора Ноздрина И.В.заверяю: начальник отдела кадров ФГБОУВО «СИБГИУ»

Дрепина Т.А.