

**ОТЗЫВ**  
официального оппонента Жигалова Виктора Степановича  
на диссертацию Блохиной Ирины Анатольевны  
на тему «Карбогидратный синтез и окисление порошков TiB<sub>2</sub>»  
по специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы  
на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Актуальность темы диссертации определяется необходимостью совершенствования технологических принципов производства алюминия, так как существующая технология в определенной степени энергозатратна и экологически опасна. Кроме того, в действующей технологии жидкий алюминий слабо смачивает основные объекты электролизных ванн (катод, подина), что существенно сокращает их срок службы, снижает экономические показатели. Для усиления эффекта смачивания предлагается использовать функциональные покрытия катодов (подин) в виде порошков, либо в виде керамических плит из тугоплавкого соединения – диборида титана (TiB<sub>2</sub>). Однако, в настоящее время технология его получения энерго- и трудозатратна, что определяет высокую стоимость покрытий и сложность внедрения в промышленный электролиз.

Актуальность исследования процессов окисления порошков диборидов титана определена их высокой окислительной способностью в реальных условиях электролиза, что приводит к потере функциональных свойств при использовании их в качестве смачиваемых покрытий катодов (подин).

Поэтому возможности удешевить и упростить технологию синтеза чистого алюминия постоянно изучаются, в том числе, сделать использование TiB<sub>2</sub> в технических применениях экономически приемлемым. Одним из возможных решений этих задач может быть снижение температуры карбогидратного синтеза TiB<sub>2</sub> с 2100–2300 К до 1500–1600 К, что и является основной идеей диссертации, для чего автор достаточно подробно исследует последовательность физико-химических процессов синтеза порошков при пониженных температурах, а также изучает влияние кинетики этих процессов и технологических параметров на качество синтезируемого продукта. При этом в диссертации рассматриваются также гетерофазные окислительные процессы порошков в кислородсодержащей атмосфере в области рабочих температур катода. Понимание всех химических взаимодействий при карбогидратном синтезе порошков TiB<sub>2</sub> и при их окислении позволяет автору предложить свой способ изготовления данных порошков.

Наиболее значимыми результатами диссертации, важными для практического использования, следует признать то, что:

1. Путем физико-химических исследований показана возможность реализации энергосберегающего карбогидратного синтеза микроразмерных порошков TiB<sub>2</sub> при пониженных температурах (менее 1600 К), так как необходимые скорости восстановительных реакций и достаточный выход синтезированного продукта (93–95%) достигаются уже при температурах 1470–1570 К.
2. Время окисления (деградации) смачиваемого покрытия в виде порошков TiB<sub>2</sub> для катодов зависит от размера структурных образований. Так при температурах интенсивного окисления порошки TiB<sub>2</sub> с размером частиц 5 мкм окисляются полностью уже за несколько часов, а для порошков размером 40–100 мкм требуется порядка 45 суток. Важно отметить, что для полного окисления подобных материалов, изготовленных по методике СВС, требуется более года.
3. Карбогидратный синтез при технологических условиях, предложенных автором (исходные реагенты, подготовка шихты, атмосфера, длительность и температура синтеза и т.д.), обеспечивает получение продукта с высоким содержанием TiB<sub>2</sub> и с низким содержанием посторонних фаз, что позволяет удешевить производство, повысить технологическую и экономическую эффективность.

Такие результаты, полученные автором, как:

- 1) экспериментальное исследование процессов карботермического синтеза диборида титана из стехиометрической смеси  $TiO_2$ - $H_3BO_3$ -С при температурах до 1673К;
- 2) установленная последовательность процессов окисления различных порошков  $TiB_2$  методами термического, рентгенофазового анализа и электронной микроскопии;
- 3) хорошо выполненный кинетический анализ для определения параметров вышеперечисленных процессов и установления их механизмов – несомненно являются результатами, обладающими научной новизной.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием автором современного аналитического оборудования для исследований и современных методик (например, пакета Netzsch Thermokinetics и метода Коатса-Редферна) для установления кинетических параметров процессов синтеза и окисления порошков  $TiB_2$ . Достоверность также подтверждается широким участием в научных конференциях, публикациями в журналах и наличием патентов на изобретение

Диссертация содержит 122 стр основного машинописного текста, список литературы из 117 наименований, состоит из введения, выводов и 5-ти глав. 1-я глава посвящена обзорному исследованию литературных источников на тему диссертации и отражает состояние дел по применению диборида титана в металлургии алюминия, 2-я – описанию методических подходов кинетического анализа процессов синтеза и окисления, а также способу получения порошка  $TiB_2$ . В главе 3 приведены результаты карботермического синтеза (КТС) порошка по предложенному автором способу в системе  $TiO_2$ - $H_3BO_3$ -С с использованием различных режимов (динамический, изотермический) и с описанием технологических условий синтеза. Глава 4 содержит экспериментальные результаты по окислению синтезированных порошков в сравнении с порошками, изготовленными по методу самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Главы 3 и 4 заканчиваются обсуждениями с использованием литературных данных и описаниями возможных механизмов физико-химических превращений. В главе 5 содержится краткое описание синтеза  $TiB_2$  с анализом лабораторной апробации условий КТС.

По теме диссертации автором опубликовано 14 работ, из них 6 — в рецензируемых, высокорейтинговых изданиях по списку ВАК, в которых материалы диссертации отражены достаточно полно.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Замечания по диссертационной работе:

1. В диссертации нет определения термина «пониженные температуры» и не оговорены диапазоны этих температур, это следует сделать, поскольку этот диапазон зависит от времени процесса, весовых характеристик, необходимых свойств продукта синтеза и т.д..
2. В работе отсутствуют характеристики предложенной технологии синтеза порошков  $TiB_2$  и температур отжига с учетом масштабности: лабораторные условия – производство. Одно дело, когда речь идет о изготовлении порошков в лабораторных условиях (~ 50 мг) и другое – когда производство осуществляется в многотонажном масштабе.
3. В диссертации отсутствуют технико-экономические оценки предложенной технологии для ее возможного использования на производстве. Нет данных о внедрении или предложений на внедрение результатов исследований на каком-либо предприятии.
4. Не понятно для чего в работе представлена глава 5. Если в ней описаны условия синтеза порошков  $TiB_2$ , которые относятся к предыдущим главам (конкретно – глава 3).

5. Общее замечание по оформлению выводов – выводы перенасыщены большим количеством описаний, незначительных результатов и практически не выявлены основные, например,
  - а – пункт 1 практически не несет смысловой нагрузки, так вместо «изучены процессы ...» следовало бы писать « в результате изучения ...установлено или показано» и далее – результаты изучения;
  - б – пункты 1 и 2 дублируют друг друга, правильно было бы их объединить и отметить только основные результаты;
  - в – пункт 4 – перечислено большое число процессов при окислении порошков, из которых не ясно, что является основным результатом.
6. В диссертации при хорошем и грамотном изложении текста есть некоторые небрежности. Так стр. 92-93 и 99-100 части рисунков представлены на разных страницах, стр 108 в подписи отсутствуют информация о частях рисунка (А, Б и др.).

Отмеченные недостатки не снижают качество диссертационной работы, и не влияют на основные результаты как в области экспериментальных, так и фундаментальных исследований.

*Общее заключение* по диссертации:

Диссертация Блохиной Ирины Анатольевны соответствует специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы, имеет внутреннее единство, аккуратно оформлена и является завершённой научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований, существует возможность проводить синтез порошков TiB<sub>2</sub>, используемых в металлургии алюминия в качестве покрытий для усиления эффекта смачивания катодов, при температурах ниже стандартных на 300-400 градусов, что должно удешевить и упростить технологию производства.

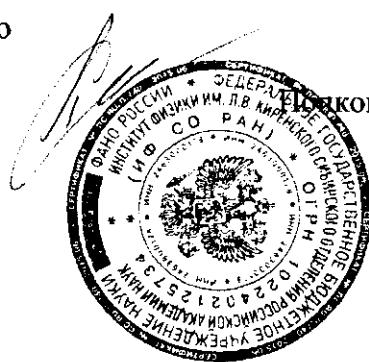
Диссертация соответствует требованиям п.9 "Положения о порядке присуждения учёных степеней" постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а её автор Блохина Ирина Анатольевна достойна присуждения учёной степени кандидата технических наук.

Ведущий научный сотрудник  
лаборатории Физики магнитных пленок  
Института физики им. Л.В.Киренского  
СО РАН  
д.ф.-м.н.

9.09.2015г.

Жигалов Виктор Степанович

Подпись Жигалова В.С. подтверждаю  
Ученый секретарь ИФ СО РАН  
к.ф.-м.н.



Титков Сергей Иванович

Почтовый адрес:  
телефон: 2-49-46-81  
эл.адрес: zhigalov@iph.krasn.ru