



Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

04.04.2023 № 03 / 2608  
на № от

**УТВЕРЖДАЮ**

Проректор по науке и трансферу  
технологий ТПУ, д. ф-м. н.  
**Сухих Л.Г.**

2023 г.



**ОТЗЫВ**

ведущей организации на диссертацию Павлова Александра Викторовича на тему: «**Синтез и исследование свойств бериллиевой керамики, модифицированной наночастицами диоксида титана**», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

На отзыв представлены:

- диссертационная работа объёмом 148 страниц основного текста, включая 69 рисунков и 24 таблицы, 2 приложения, библиографический список состоит из 158 наименований; выполнена в Сибирском федеральном университете, г. Красноярск;
- автореферат на 22 страницах, в котором изложены основные положения диссертации и представлен список публикаций автора по теме работы.

**Актуальность работы**

В настоящем научном исследовании показано, что способность к поглощению электромагнитных волн и физико-механические характеристики ( $\text{BeO}+\text{TiO}_2$ )-керамики зависят от соотношения компонентов  $\text{BeO}-\text{TiO}_2$ , размера частиц и степени восстановления, что позволяет улучшать

эксплуатационные характеристики керамики. Система (BeO+TiO<sub>2</sub>) активно исследуется как отечественными, так и зарубежными авторами. Публикации по влиянию наночастиц TiO<sub>2</sub> на физико-химические процессы формирования структуры, физико-механические и импедансные характеристики механической смеси оксидов BeO – TiO<sub>2</sub> до настоящего времени не найдены, что может быть связано с уникальностью бериллиевого производства. В настоящее время, действующее производство оксидно-бериллиевой керамики налажено в США, Китае и Казахстане, в России производство изделий из оксида бериллия до настоящего времени отсутствует, поэтому анализ и актуализация знаний по ключевым технологическим переделам промышленного производства изделий с использованием этого стратегически важного материала представляется весьма значимой.

**Целью** диссертации является разработка технологии получения керамики на основе микропорошка оксида бериллия с добавками микро- и нанопорошков диоксида титана и изучение физико-химических основ этих процессов.

**Задачи для достижения поставленной цели** заключаются в разработке способов введения наночастиц TiO<sub>2</sub> в микронную матрицу порошков BeO и TiO<sub>2</sub> на основе исследований свойств компонентов шихты. Исследование физико-химических процессов спекания (BeO+TiO<sub>2</sub>)-керамики с добавкой наночастиц TiO<sub>2</sub> от 0,1 до 2,0 мас. %. Исследование влияния добавок наночастиц TiO<sub>2</sub> на структуру, физико-механические и электрофизические свойства (BeO+TiO<sub>2</sub>)-керамики. Обоснование теоретических и экспериментальных предпосылок для разработки технологических процессов создания нового материала на основе микропорошков BeO и TiO<sub>2</sub> с добавкой наночастиц TiO<sub>2</sub> обладающего улучшенными электрофизическими свойствами.

Цель и задачи, решаемые в работе, соответствуют современным тенденциям в технологии получения бериллиевой керамики.

### **Анализ содержания диссертации**

Во *Введении* обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель и поставлены задачи исследований, приведены защищаемые положения, обоснованы научная новизна и практическая значимость работы.

В *Главе 1* проведен анализ литературы по теме работы. На его основе автором уточнены основные задачи исследований. Выполнено описание свойств и перспективы развития поглотителей электромагнитной энергии.

*В Главе 2* приведены методология работы и структурно-методологическая схема исследований, характеристика и основные свойства обожжённого оксида бериллия, структура и свойства микропорошка диоксида титана, структура и свойства нанопорошков  $TiO_2$ , методы введения наночастиц в матрицу, а также методы исследования основных свойств порошковых материалов и спеченных образцов, включающие рентгенофазовый анализ, определение вязкости, измерение частотной зависимости импеданса и магнитных свойств.

*Глава 3* посвящена исследованию влияния наночастиц диоксида титана на механизмы структурообразования и свойства бериллиевой керамики в процессе ее спекания. Описана технология изготовления  $(Be+TiO_2)$  – керамики с добавкой наночастиц  $TiO_2$ . Установлено влияние наночастиц  $TiO_2$  на реологические свойства литейного шликера, а также влияние температуры обжига на физико-механические свойства керамики и ее фазовый состав. Рассмотрены физико-химические процессы формирования структуры при спекании  $(Be+TiO_2)$  – керамики при введении нано- и микроразмерных частиц диоксида титана. Показано влияние наночастиц  $TiO_2$  на механизмы поглощения энергии.

*Глава 4* содержит результаты исследования электрических свойств  $(Be+TiO_2)$  – керамики с добавкой наночастиц  $TiO_2$ . Исследованы частотные зависимости модуля импеданса и угла сдвига фазы, а также удельной проводимости и диэлектрических характеристик керамики от количества введенных наночастиц  $TiO_2$ . Определены технологические параметры и технология восстановительного обжига в среде водорода и его влияние на свойства керамики.

В *Заключении* обобщены основные результаты выполненной диссертационной работы.

#### **Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации**

Защищаемые положения, выводы и рекомендации логически следуют из полученного в работе экспериментального материала. В целом они корректно сформулированы и адекватно отражают содержание диссертации.

#### **Соответствие содержания автореферата содержанию диссертации**

Автореферат в полной мере отражает содержание диссертации, а также выводы и положения, выносимые на защиту.

**Достоверность результатов** обеспечивается использованием современного оборудования, методов измерения характеристик исследуемых объектов, а также корректным сравнением полученных данных со сведениями, приведёнными в публикациях других авторов.

Результаты, изложенные в диссертации, носят непротиворечивый характер, взаимно дополняют друг друга и соответствуют существующим представлениям о физико-химических процессах, протекающих при спекании бериллиевой керамики.

Качество диссертации подтверждено аprobацией полученных результатов на ряде научных семинаров, а также в процессе выступлений автора на российских и международных конференциях.

**Научная новизна** работы заключается в следующих результатах, расширяющих представления о рассмотренных процессах и технологиях.

1 Установлено, что введение наночастиц  $TiO_2$  (0,1 - 2,0 мас. %.) в шихту  $BeO-TiO_{2(mkm)}$  при общем содержании  $TiO_2$  30 мас. % повышает диффузионную подвижность ионов  $Ti^{4+}$  по межфазным границам и способствует частичному заполнению пор оксидом титана, что приводит к снижению пористости, повышению плотности, микротвердости, механической прочности керамики и изменению электрофизических свойств керамики.

2. Установлено, что повышение температуры спекания синтезированной керамики на 30 °C приводит к частичной трансформации кристаллической структуры  $TiO_2$  в электропроводящее соединение  $Ti_3O_5$ .

3. Предложена модель трансформации кристаллической структуры  $BeO$  в икосаэдрическую форму с изменением плотности электронных состояний и появлению ферромагнетизма.

4. Установлено, что введение наночастиц  $TiO_2$  в количестве от 0,1 до 2,0 мас. % приводит к изменению физических свойств шихты и реологических свойств термопластичных шликеров состава:  $BeO_{(mkm)}$  (70 мас. %.),  $TiO_{2(mkm)}$  (28-29,9 мсс. %.),  $TiO_{2(nano)}$  (0,1-2,0 мас. %.)

### **Практическая значимость**

Проведённые исследования позволяют разработать перспективную технологию получения ( $BeO + TiO_2$ )-керамики с добавкой наночастиц  $TiO_2$ , рекомендованы режимы получения материала с заданными характеристиками и свойствами, проведены опытно-промышленные испытания.

Результаты работы могут быть использованы при разработке технологии получения высокотемпературных оксидных керамик с добавками микро- и нанопорошков.

Перспективность разработанной технологии и применения полученного материала подтверждается Актом внедрения результатов

диссертационной работы на предприятии, специализирующемся на производстве изделий из оксида бериллия и его соединений ТОО «ПФ «BEST», а также Патентом на изобретение «Способ получения электропроводной керамики на основе оксида бериллия с добавкой наночастиц диоксида титана».

### **Соответствие паспорту специальности**

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследований и научной новизне соответствуют паспорту специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Результаты диссертационной работы представлены в 20 публикациях, в том числе 8 публикаций в периодических изданиях, рекомендованных ВАК, 6 публикаций в журналах, входящих в базу цитирования Web of Science и Scopus, опубликовано 8 докладов по итогам участия в научных семинарах и конференциях, получен патент на изобретение и АКТ внедрения результатов диссертационной работы.

### **Замечания по диссертационной работе**

1. Не представлены результаты измерения коэффициента стоячей волны и теплопроводности в зависимости от концентрации наночастиц и частоты электрического тока. Частотный диапазон, в котором проведены исследования электрических свойств 100 Гц – 100 МГц, охватывает только нижнюю границу области СВЧ.

2. Излишнее количество пунктов научной новизны. При этом пункты 2 и 4 не отражают научную новизну, а являются общими декларациями. Содержание научной новизны можно было изложить в 3-4 пунктах.

3. Не раскрыта теоретическая значимость диссертации, хотя она существенна. То, что изложено дублирует научную новизну.

4. Методология диссертационной работы изложена формально в 3,5 строки без рабочей гипотезы и особенностей.

5. Пункты 2 и 5, по сути, не являются положениями, выносимыми на защиту. «Исследование...» и «Использование...» не могут соответствовать положениям, выносимым на защиту.

Указанные замечания не снижают общей положительной оценки работы, которая выполнена на высоком уровне.

### **Заключение**

Проведённый анализ позволяет утверждать, что диссертация Павлова А.В. является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей существенное значение для

технологии получения керамики на основе микропорошка оксида бериллия с добавками микро- и нано-порошков диоксида титана. Получены новые данные, которые могут служить основой технологии получения бериллиевой керамики со способностью поглощать электромагнитное излучение в широком диапазоне частот.

По своему содержанию, объёму проведённых исследований, качеству полученных результатов, научной новизне и практической значимости представленная работа соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, отвечает критериям, установленным п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а её автор Павлов Александр Викторович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – порошковая металлургия и композиционные материалы.

Диссертация и автореферат были рассмотрены и обсуждены на объединенном семинаре научно-исследовательской лаборатории «Тугоплавкие неметаллические и силикатные материалы» и Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (ТПУ), протокол № 88 от 28 марта 2023 г.

Научный руководитель научно-исследовательской лаборатории «Тугоплавкие неметаллические и силикатные материалы» Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, доктор технических наук по специальности 2.6.14 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, профессор

Верещагин В.И.

Верещагин Владимир Иванович, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», 634050, г. Томск, проспект Ленина, 30.

Телефон: +7 (3822) 70-17-77 доп. 1407, E-mail: [yver@tpu.ru](mailto:yver@tpu.ru)



Подпись Верещагина В.И., заявляю:

Ученый секретарь ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Кулинич Е.А.