

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям
ФГБОУ ВО «Пермский национальный
исследовательский политехнический
университет» д.т.н., профессор
Коротаев Владимир Николаевич



«18» марта 2019 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

Федерального государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования «Пермский национальный
исследовательский политехнический университет»

на диссертационную работу **Шишкина Романа Александровича**
«Разработка и реализация на модельной установке технологии получения
нитрида алюминия газофазным способом», представленную на соискание
ученой степени кандидата технических наук по специальности **05.17.11** -
Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Актуальность темы диссертации. Диссертационная работа Шишкина
Романа Александровича является законченной научно-исследовательской
работой, выполненной на актуальную тему, связанную с вопросами
разработки модельной установки и технологии газофазного синтеза нитрида
алюминия. Оптимизация технологических параметров получения нитрида
алюминия, изучение физико-химических свойств AlN позволили разработать
на его основе теплопроводный композиционный материал, перспективный
для внедрения на предприятиях электронной промышленности России.

Структура и содержание работы. Диссертационная работа выполнена
на кафедре редких металлов и наноматериалов Физико-технологического
института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина». Диссертационная работа изложена на 158
страницах машинописного текста, содержит 71 рисунок, 17 таблиц.
Отдельные главы логически связаны между собой, структурированы и
заканчиваются выводами. Список использованных источников содержит 146
наименований, отражающих последние достижения в области синтеза

нитрида алюминия и функциональных материалов на его основе. По объему и структуре работа соответствует требованиям ВАК Российской Федерации, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Во введении отмечена актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, научная, теоретическая и практическая значимость диссертационной работы.

В первой главе представлен литературный обзор работ, посвященных синтезу порошкообразного нитрида алюминия. Особое внимание уделено работам, проведенным на кафедре редких металлов и наноматериалов по газофазным способам получения порошкообразного нитрида алюминия и их отличиям в технологических параметрах и аппаратурном оформлении. Обоснована необходимость разработки и реализации на модельной установке технологии получения нитрида алюминия газофазным способом.

Во второй главе описаны исходные материалы, используемые для проведения синтеза AlN, а также основные методы исследования физико-химических свойств материалов, применяемые в настоящей работе: электронная микроскопия, метод динамического рассеяния света, инфракрасная спектроскопия, рентгенофазовый анализ, дифференциальная сканирующая микроскопия и методики определения углерода и азота в нитриде алюминия. Приведены основные математические модели, по которым был произведен расчет теплопроводности композиционных материалов на основе нитрида алюминия и разработана ячейка для измерения теплопроводности, и методология проведения экспериментов.

Предложена технология подготовки трифторида алюминия к экспериментам по синтезу нитрида алюминия для удаления адсорбированной влаги и кристаллогидратов путем сублимации AlF_3 в вакууме с трехступенчатым нагревом.

В третьей главе проведен термодинамический анализ возможных совмещенных реакций и, соответственно, продуктов взаимодействия с использованием программного модуля HSC 8 Chemistry. Было проанализировано взаимодействие исходных реагентов, примесей, присутствующих в них, и конструкционных материалов, влияющее на выход конечного продукта.

Показана возможность использования добавок фторидов переходных металлов, на примере трифторида иттрия, на химические превращения в процессе синтеза AlN. Также обсужден наиболее вероятный механизм образования частиц нитрида алюминия в газовой фазе при взаимодействии метастабильного монофторида алюминия и азота.

В четвертой главе представлено проектирование модельной установки для газофазной технологии получения нитрида алюминия. Для корректировки и оптимизации реакционной камеры модельной установки было проведено математическое моделирование, затрагивающее расчет материального баланса, узла образования монофторида алюминия, образования нитрида алюминия и гидравлическое сопротивление реакционной камеры.

Установлено влияние технологических параметров газофазной технологии получения AlN на модельной установке (температуры, давления в реакционной камере, мольного соотношения трифторида алюминия и металлического алюминия, расход азота) на выход нитрида алюминия. Был проведен полномасштабный эксперимент, в результате которого был получен материальный баланс разработанной технологии.

В пятой главе приведены технология изготовления теплопроводных материалов на основе нитрида алюминия и результаты исследования их физико-химических свойств: теплопроводности, термической стабильности, напряжения пробоя и угла смачивания алюминиевой и медной подложек.

В заключении сформулированы выводы, полностью отражающие полученные результаты исследований.

Диссертация и ее отдельные части обсуждались на крупных международных и всероссийских конференциях.

По теме диссертации опубликовано 44 научные работы, в которых отражены основные положения диссертации, в том числе 10 статей опубликовано в зарубежных и ведущих отечественных рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК. Получено 4 патента Российской Федерации.

Научная новизна работы:

1. Установлено влияние технологических параметров газофазного синтеза нитрида алюминия на модельной установке на фазовую чистоту нитрида алюминия. Определены оптимальные технологические параметры, при которых содержание нитрида алюминия составляет не менее 99,09%: общее давление газовой фазы в реакционной камере 8 мм.рт.ст, температура 1000°C, мольное соотношение Al:AlF₃ 1:1, продолжительность процесса 2 часа, скорость подачи азота не менее 0,226 л·мин/дм³.

2. Исходя из термодинамических предпосылок, предложен механизм образования частиц нитрида алюминия в газовой фазе, заключающийся в формировании аддитивного соединения AlFN₂ и его последующее взаимодействие с монофторидом алюминия, продуктом которого является

$\text{Al}_2\text{F}_2\text{N}_2$, подвергающийся последующему пиролизу с образованием нитрида алюминия.

3. Впервые установлен механизм воздействия добавок трифторида иттрия на синтез нитрида алюминия, заключающийся в совместной сублимации AlF_3 и YF_3 и осаждении нитрида алюминия и трифторида иттрия в одной температурной зоне.

4. Установлен перколяционный эффект, выраженный в резком увеличении теплопроводности композиционного материала при введении игольчатого кремния (5 масс. %) в качестве модификатора в теплопроводную пасту на основе нитрида алюминия.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Обоснованность и достоверность результатов исследований подтверждается использованием современного технологического и аналитического оборудования, стандартных методик проведения исследований. Итоги и рекомендации, приведенные в работе, обоснованы и не вызывают возражений.

Значимость результатов для науки

Диссертационная работа вносит вклад в развитие представлений о кинетике и механизме газофазного способа получения AlN , что позволило научно обосновать закономерности влияния технологических параметров синтеза нитрида алюминия на его физико-химические свойства.

Выявленные закономерности представляют научную ценность и не противоречат известным положениям технических и фундаментальных наук.

Практическая значимость работы

В результате проведенных исследований разработана и изготовлена модельная установка для получения нитрида алюминия газофазным способом с производительностью более 150 г за 1 технологический цикл.

Разработанные составы и технология получения теплопроводных композиционных материалов с повышенными физико-химическими свойствами могут быть востребованы в электротехнике, электронике, металлургии, космическом и авиационном машиностроении, химической и атомной промышленности.

Замечания

По работе имеются следующие замечания:

1. Из текста диссертационной работы не совсем понятно, каким образом происходит загрязнение устойчивого нитрида алюминия при перемешивании с трифторидом иттрия?

2. В работе не приведены микроструктуры разработанных композиционных материалов.

3. В тексте диссертации и автореферате встречаются грамматические ошибки.

Перечисленные замечания не снижают общей положительной оценки рассматриваемой диссертационной работы.

Оформление диссертации соответствует требованиям ВАК, текст работы написан логично, структурированно и соответствует поставленным цели и задачам.

Заключение

Диссертационная работа Шишкина Романа Александровича «Разработка и реализация на модельной установке технологии получения нитрида алюминия газофазным способом» является законченной квалификационной научно-исследовательской работой, выполненной на актуальную тему, обладает научной новизной, теоретической и практической значимостью в области газофазных технологий получения силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Основные положения настоящей диссертационной работы опубликованы в рецензируемых научных журналах из перечня ВАК и обсуждены на крупных всероссийских и международных конференциях. Автореферат в достаточном объеме раскрывает содержание диссертационной работы.

По критериям актуальности, новизны, достоверности полученных соискателем результатов, а также научной и практической значимости работа соответствует требованиям п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от «24» сентября 2013 г (с изменениями от «21» апреля 2016 г. № 335).

Работа полностью соответствует требованиям ВАК к кандидатским диссертациям по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, а ее автор, Шишкин Роман Александрович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Отзыв на диссертацию и автореферат обсужден и одобрен на заседании кафедры «Материалы, технологии и конструирование машин» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего

образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», 13 марта 2019 г., протокол № 8.

Отзыв составил:

Профессор кафедры «Материалы,
технологии и конструирование машин»
ФГБОУ ВО «ПНИПУ»,
д-р техн. наук, доцент
тел. +7(342)219-80-96,
e-mail detail@pstu.ru

Матыгуллина
Елена Вячеславовна

И.о. зав.кафедрой «Материалы
технологии и конструирование машин»
ФГБОУ ВО «ПНИПУ»,
канд. техн. наук, доцент
тел. +7(342)219-80-61,
e-mail detail@pstu.ru

Абляз
Тимур Ризович

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Пермский национальный исследовательский
политехнический университет»

614990, Пермский край, г. Пермь, Комсомольский проспект, 29, тел.
+7(342)219-80-67, E-mail: rector@pstu.ru

Подписи Е.В. Матыгуллиной и Т.Р. Абляза
заверяю:

