

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Трусова Германа Валентиновича «Научные основы высокотемпературного синтеза наноструктурированных микросфер Ni из реакционных аэрозолей и создания высокопористых материалов путем искрового плазменного спекания микросфер», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества»

Актуальность темы диссертационной работы

Диссертационная работа Трусова Г.В. посвящена разработке и исследованию нового метода синтеза микросфер никеля из реакционных аэрозолей, а также изучению процесса их консолидации методом искрового плазменного спекания в высокопористый металлический материал.

Высокопористые металлические материалы широко используются как в аэрокосмической отрасли, так и промышленности (системах фильтрации, катализа, микроэлектроники, электромагнитных шумо-поглотителей, демпферных устройствах и др.). В диссертации Трусова Г.В. описаны существующие методы производства порошков: порошковая металлургия, крио химический, методы “мокрой химии”, золь-гель синтез, и др., и отмечены их недостатки, главным из которых с экономической точки зрения, является отсутствие одностадийности в процессе производства. Поэтому за основу нового метода синтеза порошков Трусов Г.В. взял метод синтеза при горении растворов, в котором смешиваются коммерчески доступные реагенты, а самораспространяющаяся экзотермическая реакция между ними приводит к образованию порошков необходимого состава и дисперсности. В качестве дополнения к полному циклу производства высокопористых материалов Трусов Г.В. использовал скоростное и высокоэффективное спекание до нужных размеров и форм. Такая технология позволяет использовать получаемые материалы как пористые катализаторы, различного рода носители, защитные экраны и легкие панели. В качестве метода спекания порошков Трусов Г.В. применил новый высокотехнологичный метод искрового плазменного спекания. Поэтому новый метод синтеза, материалы и порошки, представленные в диссертации, а также новые направления их применения являются главными характеристиками новизны, выполненной Трусовым Г.В. диссертационной работы. Поэтому актуальность диссертационной работы Трусова Германа Валентиновича, не вызывает сомнений.

Структура и основное содержание работы

Диссертация Трусова Г.В. состоит из введения, 5 глав и заключения, содержит 11 таблиц и 92 рисунка. Список цитируемой литературы содержит 246 наименований работ отечественных и зарубежных авторов.

Во введении дается краткая оценка состояния исследований в области синтеза наночастиц никеля, краткое описание существующих проблем и обоснование необходимости проведения диссертационной работы. Обоснованы актуальность и научная новизна выбранной темы диссертации, её практическая значимость, сформулирована цель и задачи исследований, изложены основные положения, выносимые на защиту.

Глава 1 содержит анализ литературы, соответствующей теме диссертации. Литературный обзор включает в себя описание различных способов синтеза нанопорошков никеля. Подчеркивается перспективность применения метода горения растворов, который является основополагающим методом предлагаемого в диссертации Трусова Г.В. модифицированного метода синтеза микросферических порошков никеля. Рассмотрены важные параметры контроля фазового состава конечных продуктов синтеза: влияние температуры синтеза, времени, скорости, используемых материалов и другие. Рассмотрены также способы получения высокопористых металлических материалов и варианты их практического использования. На основе проведенного анализа сформулированы конкретные задачи по достижению цели диссертационной работы.

В главе 2 описаны параметры используемого метода синтеза, материалы и экспериментальные методики, использованные при выполнении сформулированных в главе 1 задач работы. Описано оборудование, используемое в работе, приведены методики исследования получаемых порошков и образцов материалов. Все исследования были выполнены на современном оборудовании с использованием аттестованных методик.

Глава 3 посвящена поэтапной разработке нового метода синтеза, основанного на комбинации методов горения растворов и пиролиза аэрозолей, и стандартизации получаемых им продуктов. Представлены результаты изученных закономерностей формирования микросфер никеля (фазовый состав, размер кристаллитов, диаметр микросфер) при влиянии различных параметров синтеза: концентрации исходных реагентов, соотношения горючее/окислитель, температуры и атмосферы газа-носителя. Выявлено влияние ключевых параметров на конечные характеристики желаемых продуктов. На основании полученных данных проведена оптимизация процесса горения реакционных аэрозолей и формирования металлических микросфер никеля. Подобраны и

проанализированы оптимальные параметры создания высокопористых металлических материалов на основе микросфер никеля путем их консолидации методом искрового плазменного спекания.

В главе 4 представлены результаты исследования механизма образования металлических микросфер при использовании метода горения растворов в аэрозоле. Установлено образование интермедиатов реакционного геля через образование которых осуществляется процесс синтеза металлических микросфер. Реакционный гель, представленный в виде полых реакционных микросфер, был проанализирован методами дифференциальной сканирующей калориметрии, термогравиметрией, масс-спектроскопией и динамическим рентгенофазовым анализом. С помощью используемых методов был исследован механизм разложения реакционных микросфер и определена динамика фазообразования металлического никеля в волне горения, распространяющейся по компактному из реакционных микросфер. Проведенный анализ выявил образование новых структурных интермедиатов, не описанных ранее в литературе. Проведенный уникальный эксперимент по нагреву отдельных реакционных микросфер в просвечивающем электронном микроскопе показал структурные изменения микросфер во время аналогичного прохождения капель реакционного раствора в трубчатом реакторе кварцевой печи. На основании полученных экспериментальных результатов, оценки характерных времён синтеза микросфер разработана новая макрокинетическая модель формирования полых микросфер никеля из реакционных микросфер. Особый интерес представляют эксперименты по оценке прочности отдельных микросфер никеля и высокопористых материалов на их основе. На основании полученных и проанализированных данных был предложен механизм образования высокопористых металлических материалов при проведении спекания наноструктурированных микросфер никеля методом искрового плазменного спекания. Приведены выводы по главе.

В главе 5 показана возможность применения получаемых порошков и материалов в качестве катализаторов, материалов способных поглощать электромагнитное СВЧ излучение, теплоизоляторов и материалов для создания легких прочностных конструкций. Относительно свойств схожих материалов, аналогично полученных различными лабораторными или промышленными методами в общемировой практике, разработанные в диссертации материалы показывают достаточно высокие характеристики, а, именно: выявлен широкий диапазон поглощения СВЧ излучения разработанных в диссертации материалов; показаны хорошие каталитические свойства порошков при низкой температуре для полной конверсии этанола; продемонстрированы высокие прочностные характеристики микросферического порошка никеля и материалов на его основе,

относительно значений механической прочности своих аналогов; измеренная температуропроводность показывает уникальные низкие значения для данного класса материалов.

Научная новизна

Все результаты, вынесенные диссертантом на защиту, являются новыми. Впервые исследованы микроструктура и атомно-кристаллическая структура реакционного геля, образующегося из водного раствора нитрата никеля и глицина, а также разработана новая макрокинетическая модель формирования полых микросфер из частиц геля. Впервые с помощью искрового плазменного спекания без нагрузки полых никелевых микросфер получены материалы с пористостью до 92% и установлен механизм формирования высокопористых структур в данных системах, заключающийся в одновременном уменьшении пористости стенки микросферы (спекание наночастиц), уменьшении диаметров микросфер (с увеличением толщины их стенок) и образовании шеек между микросферами. Впервые установлено, что полые металлические микросферы никеля обладают магнитными потерями в широком диапазоне частот, как наноструктурированные порошки в виде нанотрубок и наноколец, но для других материалов, в частности магнетита. Впервые определена прочность на сжатие отдельных микросфер методом наномеханического тестирования с одновременным наблюдением в просвечивающем электронном микроскопе; результаты показали, что модуль упругости и предел прочности отдельной микросферы выше, чем у спеченного высокопористого материала. Впервые показано, что температуропроводность и теплопроводность высокопористого материала на основе полых микросфер никеля в 5 и 70 раз ниже, чем температуропроводность беспористого никеля.

Практическая значимость

Полученные данные о закономерностях и механизмах горения реакционных гелей и аэрозолей, образующих твердые продукты, вносят вклад в теоретические основы физики и химии горения водных растворов, содержащих органическое горючее и неорганический окислитель. Исследования микроструктуры и атомно-кристаллической структуры реакционных гелей, показывающие формирование новых аморфных и кристаллических энергетических материалов, позволяет по-новому взглянуть на механизмы физико-химических превращений, происходящих в процессе синтеза широкого круга материалов методами горения растворов и гелей.

Разработанный и запатентованный модифицированный одностадийный метод

синтеза полых металлических микросфер никеля Ni комбинацией методов горения растворов и пиролиза аэрозолей имеет практическое значение для изготовления защитных экранов от СВЧ излучения в диапазоне 1-15 ГГц, катализаторов с высокой активностью, селективностью и стабильностью что позволяет рекомендовать их для промышленного использования, в том числе замены дорогостоящих импортных катализаторов.

Разработанный и запатентованный новый способ создания материала пористостью до 92%, на основе полых микросфер никеля, консолидированных методом искрового плазменного спекания может быть использован для создания легких и прочных материалов и изделий (модуль Юнга 0.4 ГПа при пористости 92% и удельном весе 0,7 г/см³ и др.), обладающих хорошими теплоизолирующими свойствами (в 70 раз ниже теплопроводности беспористого никеля) при нормальной и повышенной температуре.

Достоверность результатов

Достоверность полученных в работе результатов подтверждается использованием современных, взаимодополняющих аттестованных физико-химических методов и свойств полученных порошков и материалов. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 19 научных конференциях, опубликовано 24 печатных работ, в том числе 3 статьи в реферируемых научных журналах, входящих в Перечень ВАК и базы данных Web of Science и Scopus, получено 2 патента РФ.

Замечания по диссертационной работе:

- 1) По приведенным данным диссертантом в анализе литературы в качестве горючего используется большое количество различных органических топлив. Почему диссертантом был выбран глицин не вполне обосновано?
- 2) Не достаточно детально исследован вопрос о факторах, наиболее существенно влияющих на образование металлических микросфер.
- 3) С учётом важности влияния кислорода на свойства синтезируемого порошка или материала нужна оценка возможного содержания кислорода в готовых продуктах в виде оксидных пленок на поверхности, подтверждённых каким-либо видом химического анализа поверхности.

Сделанные замечания являются рекомендательными или уточняющими и не влияют на положительную оценку диссертационной работы. Цели и задачи диссертационной работы достигнуты, работа имеет научную и практическую значимость, а положения, выносимые на защиту, экспериментально доказаны.

Общая оценка диссертационной работы

Учитывая актуальности и новизну полученных результатов, считаю, что диссертационная работа выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решены научные и технологические вопросы формирования наноструктурированных сферических полых микросфер в процессе пиролиза реакционных растворов, а также материалов на их основе.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

По научному уровню, полученным результатам и содержанию, диссертационная работа «Научные основы высокотемпературного синтеза наноструктурированных микросфер Ni из реакционных аэрозолей и создания высокопористых материалов путем искрового плазменного спекания микросфер» соответствует всем требованиям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Трусов Герман Валентинович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества».

Доктор физико-математических наук, специальность 01.04.17

И.о. заведующего лабораторией физики горения твердых топлив имени Я.Б. Зельдовича
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный
исследовательский центр Химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии
наук (ФИЦ ХФ РАН), 119991 г. Москва, ул. Косыгина, д. 4

e-mail: assov@chph.ras.ru

Ассовский Игорь Георгиевич

«07» 06 2023

Подпись Ассовского Игоря Георгиевича «Заверяю»

ученый секретарь ФИЦ ХФ РАН



ЛАРИЧЕВ М.Н.