

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ
ОРГАНИЗАЦИЙ (ФАНО РОССИИ)
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80
E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702
ИНН/КПП 7736045483/773601001

10.03.2016 № 12202

На № _____

Г

Г

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
по научной работе
д.т.н. А.Г. Колмаков



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Крыжанова Михаила Валентиновича на тему «Исследование восстановления оксидных соединений тантала магнием», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов»

Актуальность темы диссертации. Получение порошков металлов с наноразмерами частиц является одним из приоритетных направлений развития науки и техники, поскольку очень часто такие порошки обладают уникальными свойствами, присущими порошкам с большим размером частиц. В частности, разработка новых способов получения порошков тантала с большой величиной удельной поверхности имеет важное практическое значение для электронной промышленности, обусловленное востребованностью данных порошков для изготовления анодов высокоёмких танталовых конденсаторов, а также для синтеза наноразмерных функциональных материалов – карбидов и нитридов.

Одним из способов получения танталовых порошков с развитой поверхностью является магниетермическое восстановление пентаоксида тантала. Однако параметры восстановления отражены в основном в патентной литературе и не дают чёткого представления о влиянии условий процесса на характеристики порошков. При этом проведённый автором анализ механизма образования частиц танталовых порошков при восстановлении парами магния пентаоксида тантала позволил предположить возможность увеличения удельной поверхности магниетермических порошков путём использования в качестве прекурсора танталатов, в состав которых входят тугоплавкие оксиды.

В связи с этим не вызывает сомнения актуальность темы диссертационной работы Крыжанова М. В. «Исследование восстановления оксидных соединений тантала магнием».

Новизна, обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций.

На основании проведённых экспериментальных исследований диссертантом впервые получены расчётные значения стандартных энтальпий образования и энтропий танталатов магния. Определена зависимость адиабатической температуры взаимодействия оксидных соединений тантала с магнием от температуры и состава шихты.

Впервые определены параметры восстановления пентаоксида тантала магнием в режиме СВС при давлении 0.1 МПа в зависимости от плотности, состава и температуры шихты.

Обоснована и экспериментально подтверждена возможность существенного увеличения удельной поверхности магниетермических порошков тантала при использовании в качестве прекурсора танталатов магния; определена зависимость удельной поверхности от состава танталатов и скорости поступления паров магния в зону реакции.

Обоснованность положений и выводов в диссертации обеспечивается сопоставлением полученных зависимостей с известными литературными данными и подтверждена экспериментально. Достоверность результатов исследований определяется применением комплекса взаимодополняющих современных физико-химических методов исследования и опирается на большой объём воспроизводимых с хорошей точностью экспериментальных данных.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям.

Диссертационная работа Крыжанова М.В. полностью соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Структура диссертации логично выстроена и полно раскрывает её содержание. Работа состоит из введения, 5 глав, основных выводов и списка использованных источников, включающего 75 наименований.

Во введении дана общая характеристика работы, обоснована актуальность, сформулированы цель и задачи исследования, изложены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведён критический анализ литературных данных по современным методам получения танталовых порошков с развитой поверхностью. Показана перспективность магниетермического восстановления оксидных соединений тантала для получения порошков с большой удельной поверхностью. При этом автором отмечено, что отсутствие данных по систематическому исследованию процесса не позволяет оценить влияние различных параметров на характеристики порошков. Выполненный анализ литературных данных обосновывает цель и выбранные направления исследований.

Во второй главе отражены результаты термодинамического исследования взаимодействия пентаоксида тантала и танталатов $MgTa_2O_6$ и $Mg_4Ta_2O_9$ с магнием. Определены адиабатическая температура и равновесный состав продуктов в зависимости от

начальной температуры и состава шихты; приведены полученные расчётные значения стандартных энтальпии образования, энтропии и теплоёмкости танталатов магния.

Третья глава посвящена описанию методик восстановления нагревом смеси пентаоксида тантала с магнием и парами магния, а также методов определения основных физико-химических и технологических свойств порошков. Приведены принципиальные схемы экспериментальных установок. Отражены результаты исследования влияния состава шихты на температуру процесса. Определены скорость восстановления слоя пентаоксида тантала и влияние параметров восстановления Ta_2O_5 парами магния на характеристики порошков.

В четвёртой главе изложены результаты исследования магниетермического восстановления пентаоксида тантала в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), приведены методика и аппаратура экспериментов. Установлены параметры процесса восстановления пентаоксида в режиме СВС (при давлении 0.1 МПа) и характеристики танталовых порошков в зависимости от температуры и состава шихты, её плотности и гранулометрического состава реагентов.

Пятая глава посвящена исследованиям по синтезу танталатов магния $MgTa_2O_6$ и $Mg_4Ta_2O_9$, а также влиянию условий их восстановления на характеристики порошков. Определены условия, позволяющие синтезировать танталаты магния с содержанием целевого компонента на уровне 95 %. Впервые исследован магниетермический способ получения порошков тантала с применением в качестве прекурсора танталатов. Обоснована и экспериментально подтверждена возможность увеличения удельной поверхности порошков тантала при использовании в качестве прекурсора для восстановления парами магния танталатов $MgTa_2O_6$ и $Mg_4Ta_2O_9$. Установлена зависимость удельной поверхности порошков от содержания оксида магния в танталате. Получены порошки с рекордной удельной поверхностью до $80 \text{ м}^2 \cdot \text{г}^{-1}$ и насыпной плотностью на уровне $1.5 \text{ г} \cdot \text{см}^{-3}$.

По каждой главе диссертации составлены выводы, завершается диссертационная работа основными выводами, подводящими итог и раскрывающими выполнение поставленных задач. Полученные результаты соответствуют цели исследования; содержание диссертации полностью отражено в опубликованных автором работах.

Автореферат соответствует содержанию диссертации, а диссертационная работа – паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации. На основании выполненных исследований автором впервые предложен магниетермический способ получения порошков тантала с использованием в качестве прекурсора танталатов, позволяющий увеличить удельную поверхность порошков в 2-5 раз. Данный способ защищён патентом Российской Федерации.

Разработаны условия получения мезопористых порошков тантала с удельной поверхностью до $80 \text{ м}^2 \cdot \text{г}^{-1}$ (расчётный размер частиц 5 нм) при насыпной плотности на

уровне $1.5 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$. Это открывает пути к получению нового класса материалов – мезопористых порошков тугоплавких редких металлов. Получены порошки тантала, обеспечивающие удельный заряд анодов конденсаторов до $180000 \text{ мкКл}\cdot\text{г}^{-1}$.

Полученные мезопористые танталовые порошки предложено использовать в качестве прекурсора для синтеза на их основе наноразмерных функциональных материалов (нитридов и карбидов тантала) с большой удельной поверхностью. Результаты работы являются основой для разработки нового класса материалов – мезопористых порошков тугоплавких редких металлов.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации. Диссертационная работа Крыжанова М.В. и автореферат аккуратно оформлены; диссертация изложена последовательно и создаёт хорошее впечатление.

Основным достоинством работы является разработка условий получения мезопористых порошков тантала с удельной поверхностью до $80 \text{ м}^2\cdot\text{г}^{-1}$ при насыпной плотности на уровне $1.5 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$, что открывает пути к получению нового класса материалов – мезопористых порошков тугоплавких редких металлов.

По материалам диссертации имеются следующие замечания:

1. Определённые сомнения вызывает точность определения количественного состава продуктов синтеза танталатов магния по интенсивности рефлексов на рентгенограммах продуктов синтеза.
2. Подчеркивая актуальность разработки новых способов получения танталовых порошков, автор отмечает востребованность порошков для изготовления конденсаторов, однако при наличии в диссертационной работе удельных зарядов анодов из полученных порошков отсутствуют данные по токам утечки анодов.
3. Список использованных в диссертационной работе источников включает относительно немного наименований (75).
4. Следует усилить указания на практическую значимость работы для отрасли в связи с отсутствием производства порошков тантала в России.

Заключение. В целом представленная диссертация Крыжанова М.В. выполнена на высоком научном уровне и является законченной научно-квалификационной работой, в которой представлены результаты исследования влияния условий различных вариантов магнетермического восстановления оксидных соединений тантала на характеристики танталовых порошков.

Диссертационная работа прошла необходимую апробацию на многих всероссийских и международных конференциях; материалы диссертации отражены в 31 публикации, в том числе 8 статей опубликованы в рецензируемых журналах из списка ВАК; интеллектуальная собственность защищена патентом Российской Федерации.

Отмеченные выше замечания не ставят под сомнение значимость полученных в диссертации результатов. Диссертация полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней», утверждённого Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.13 г. № 842, а её автор – Крыжанов М.В. – заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

Доклад по диссертационной работе был заслушан на расширенном заседании секции ученого совета института: «Физико-химические основы металлургии». В обсуждении работы принимали участие руководители и сотрудники лабораторий №№ 1, 2, 3, 5, 15, 16, 17, 21, 24 академики РАН Леонтьев Л.И., Цветков Ю.В., доктора технических наук Брюквин В.А., Бурцев В.Т., Дашевский В.Я., Николаев А.В., Садыхов Г.Б. Юсупов В.С., кандидаты технических наук Благовещенский Ю.В., Левин А.М., Ветчинкина Т.Н.

На заседании секции присутствовали 17 человек. За предложенное заключение проголосовали единогласно. Протокол № 2-16 от 10 марта 2016 г.

Председатель секции академик РАН,
доктор технических наук, профессор



Л.И. Леонтьев

Учёный секретарь секции к.т.н.



Т.Н. Ветчинкина

Подписи академика Леонтьева Л.И. и к.т.н. Ветчинкиной Т.Н. удостоверяю

Учёный секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н. О.Н. Фомина



Адрес: 119991, г. Москва, Ленинский пр. 49

Тел. +7 (499) 135-20-60

E-mail: lleontev@imet.ac.ru