



UNIVERSITY OF  
NOTRE DAME

CHEMICAL & BIOMOLECULAR ENGINEERING

182 Fitzpatrick Hall  
Notre Dame, Indiana  
46556-5637 USA

Telephone (574) 631-5580  
Facsimile (574) 631-8366  
Web site [www.nd.edu/~chegept/](http://www.nd.edu/~chegept/)

### Отзыв

на автореферат диссертации

## «САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ОКСИНИТРИДА АЛЮМИНИЯ В РЕЖИМЕ ФИЛЬТРАЦИОННОГО ГОРЕНИЯ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ АЗОТА»

представленную АКОПДЖАНЯН ТИГРАН ГАГИКОВИЧ

*на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 01.04.17  
«Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества»*

Кубический оксинитрид алюминия (торговая марка ALON, US45201116) - высокопрочная керамика, прозрачная для электромагнитных волн в диапазоне 0.3 – 5 микрон. Высокая ударная вязкость в сочетании с уникальными оптическими свойствами определяет широкую область ее применения. Материал используется как одна из составляющих окон бронированных машин, при изготовлении инфракрасной оптики и осветительных приборов, также в микроэлектронике в качестве подложек интегральных схем.

Существует много методов получения такой керамики. Один из первых патентов (US424100 A), авторов которого является James W. McCauley, предлагает использовать метод изостатического прессования смеси порошков оксида и нитрида алюминия. Это достаточно длительный (более 24 часов), энергозатратный (температура спекания на второй стадии 1935 C) метод, требующий чистых компонентов. Недавний метод предложенный в «Курчатовском Институте» предлагает использовать искровое плазменное спекание, что лишь несколько уменьшает длительность процесса. Если получить чистый, хорошо спекающийся порошок кубического оксинитрида и подвергать его спеканию минуя стадию химического взаимодействия нитрида и оксида алюминия – это могло бы значительно ускорить процесс получения керамики и позволит создать эффективную технологию. С этой точки зрения, исследование с целью создания эффективного подхода синтеза высокочистого порошка оксинитрида алюминия является актуальной задачей.

На основе анализа результатов исследований, изложенных в автореферате, я могу заключить, что в рамках сформулированной задачи, работа выполнена на достаточно высоком профессиональном уровне. Рассматривается два подхода для «активирования» реакции в слабо экзотермической системе: (а) термическое активирования – по сути подогрев смеси с помощью «химических печек» разных составов; (б) химическое активирование - добавления в основную смесь дополнительных реагентов (перхлоратов калия и магния), дающих дополнительное тепловыделение в ходе реакции.

Аналогично, при использовании высоко экзотермических добавок было установлено, что при горении смеси с 14% мас перхлората калия, рассчитанной на получение чистого кубического оксинитрида алюминия (35,7% AlN – 64,3% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> мол.), в примесных фазах был обнаружен только хлорид калия, который легко удаляется промывкой в горячей дистиллированной воде. Также показано, что при горении смеси с 11,4% содержанием перхлората магния, соответствующей соотношению 35,7% AlN – 64,3% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (мол.), получена 100% фаза кубического оксинитрида алюминия.



# UNIVERSITY OF NOTRE DAME

CHEMICAL & BIOMOLECULAR ENGINEERING

182 Fitzpatrick Hall  
Notre Dame, Indiana  
46556-5637 USA

Telephone (574) 631-5580  
Facsimile (574) 631-8366  
Web site [www.nd.edu/~chegedept/](http://www.nd.edu/~chegedept/)

Так же важно, что масштабирование условий синтеза до полу килограмма продукта показало, что его фазовый состав и микроструктура соответствуют параметрам, полученным в лабораторных условиях (менее 50 гр продукта), что открывает возможность промышленного использования данного метода для получения чистых порошков  $\gamma$ -AlON.

Тем не менее самые важные результаты, представлены в пятой главе, где показано, что полученные порошки при относительно кратковременном (менее часа) горячем спекании могут быть консолидированы в практически беспористую керамику. По-видимому, этот подход требует дополнительной доработки, чтобы избавиться от примесного углерода, влияющего на механические и оптические свойства. Более длительное (до 6 часов) свободное спекание полученных порошков позволило получить керамику со светопропусканием до 25% в инфракрасном спектре.

По работе имеются следующие замечания: (1) Использование химической печи как инструмента подогрева смеси, по-видимому не является оптимальным технологическим решением. Действительно таким образом трудно контролировать условия синтеза при изменении размеров реактора и массы основной шихты. Кроме этого конечно растет цена каждого грамма продукта. Но имея принципиальный результат, полученный в данной работе – возможность получения чистого кубического оксинитрида в реакционной смеси - можно сделать следующий шаг и предложить более эффективные подходы. (2) К сожалению, в автореферате не приведены данные термодинамических расчетов по горению смесей с добавками перхлоратов, которые могли бы внести ясность в наблюдаемые зависимости температур горения от содержания добавок (рис.12). (3) В подписи к рисунку 12 вкралась опечатка – речь конечно идет о перхлорате магния. (4) Наличие большого количества углерода в горячепрессованных образцах, по-видимому, связана с отсутствием оптимизации процесса спекания. Множество известных запатентованных методов получения беспористой керамики связаны с горячим прессованием и в них была решена проблема загрязнения материала примесным углеродом.

Выше перечисленные замечания не уменьшают достоинства обсуждаемой диссертации. У меня нет сомнений, что представленная работа отвечает всем требованиям ВАК и Акопджанян Тигран Гагикович заслуживает присвоения ученой степени кандидат технических наук по специальности 01.04.17 «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества».

С уважением

А.С. Мукасян  
Профессор химической инженерии  
Университет Нотр-Дам, США

19 января 2018 года