



УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ИЭМ РАН
Доктор геол.-мин. наук
О.Г.Сафонов

15.05.2023г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт экспериментальной минералогии имени академика Д.С. Коржинского
Российской академии наук

на диссертационную работу Павлова Ивана Сергеевича **«Особенности морфологии, структуры и дефектов кристаллов карбидов бора»**, представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.20.- «Кристаллография, физика кристаллов» в диссертационный совет 24.1.245.01 при ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Диссертационная работа Павлова И.С. посвящена изучению особенностей формирования микрочастиц карбида бора, проявляющих пятерную симметрию, аттестации метода иДФК ПРЭМ для идентификации позиций атомов бора и углерода в элементарной ячейке, а также определению микроструктуры и морфологии материала, формируемого при лазерной абляции мишени ВСЗ в воде.

Актуальность работы обусловлена широким и продолжительным научным интересом к карбиду бора. Карбид бора имеет множество структурных модификаций, что приводит к формированию кристаллов различной морфологии. В изучении кристаллов карбида бора наиболее актуальными направлениями являются изучение связи структуры и морфологии кристаллов и определение атомной структуры карбидов бора при малых изменениях в атомном упорядочении. Для успешного развития данных направлений необходимо применение современных методов исследования, а также разработка новых методов исследования структуры на атомном уровне. Кроме того, необходимо выявить критерии для идентификации квазикристаллических структур материалов. Новые данные по механизмам формирования борсодержащих частиц, проявляющих пятерную симметрию, или других новых квазикристаллических структур применимы при создании материалов с заданной морфологией.

Научная новизна и практическая значимость рассмотренной работы заключаются в следующих положениях:

Обнаружены полученные при разложении М-карборана микрокристаллы карбида бора в форме ромбических шестидесятигранников (**РШ**) ($a = 5.25 \text{ \AA}$, $\alpha = 65.59^\circ$). Данные монокристаллы формируются за счет циклического многократного двойникования с относительно небольшим угловым несоответствием ($\sim 5^\circ$), усложняющим структуру двойниковых границ.

Впервые предложен способ определения позиций атомов бора и углерода в элементарной ячейке карбида бора методом ИДФК ПРЭМ, совмещенным с компьютерным моделированием, что позволяет определять структурные модификации карбида бора и других материалов, состоящих из легких элементов.

Проведен первый подробный структурный и морфологический анализ сферических частиц карбида бора, которые могут использоваться в качестве препарата для бор-нейтронозахватной терапии, формируемых при лазерной абляции спрессованной мишени ВСЗ в воде. Предложен механизм их образования.

Впервые обнаружена декагональная квазикристаллическая фаза и определены её пространственная группа (пр. гр. $P10_5mc$) и параметры пятимерной элементарной ячейки ($a = 0.45 \text{ нм}$, $c = 1.63 \text{ нм}$) в закаленном сплаве Al-Cu-Fe с повышенным содержанием алюминия 82 ат. %. При этом сплав $\text{Al}_{82}\text{Cu}_7\text{Fe}_{11}$, полученный методом спиннингования, представляет собой твердый раствор на основе Al (пр. гр. $Fm\bar{3}m$) и интерметаллидов четырех типов - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ (пр. гр. $C12/m1$), Al_2Cu (пр. гр. $I4/mcm$), $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ (пр. гр. $Cmc21$) и декагональных квазикристаллов (пр. гр. $P10_5mc$).

Структура и содержание работы. Диссертационная работа Павлова И.С. четко структурирована. Она состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы. Каждый раздел в главе, посвященной результатам, оканчивается краткими выводами, которые легли в основу защищаемых положений. Объем диссертации составляет 123 страницы печатного текста, включая 50 рисунков и 3 таблицы. Список цитированной литературы содержит 171 наименование. В тексте диссертации выдержан общий научный стиль изложения. Рисунки, таблицы и цитируемость использованных источников оформлены в соответствии с действующими правилами и стандартами.

Во **введении** обосновывается актуальность и значимость исследования, сформулированы цели и задачи работы, научная новизна и практическая значимость, защищаемые положения, приведена информация об апробации исследовательского материала.

Первая глава посвящена обзору литературы по теме диссертационной работы, на основе которого поставлены цели и задачи исследования в рамках диссертационной работы.

Вторая глава посвящена описанию материалов и методов исследования. Указаны методы получения частиц карбида бора с псевдо-пятерной симметрией, наночастиц карбида бора для бор-нейтронозахватной терапии, а также сплава $\text{Al}_{82}\text{Cu}_7\text{Fe}_{11}$.

Третья глава содержит оригинальные результаты, полученные соискателем в ходе выполнения диссертационной работы, и включает в себя следующие разделы: формирование частиц карбида бора с псевдо-пятерной симметрией, возможности современной просвечивающей растровой электронной микроскопии в исследованиях карбидов бора, частицы карбида бора для бор-нейтронозахватной терапии, особенности структуры быстро закаленного сплава системы Al-Cu-Fe с декагональными квазикристаллами.

Заключение содержит основные выводы по проводимым следования.

Обоснованность и достоверность защищаемых положений и выводов определяется применением и комбинацией широкого спектра экспериментальных, аналитических и расчетных методик. Исследования выполнены на современном оборудовании, их данные являются взаимодополняющими. Воспроизводимые расчетные и экспериментальные данные имеют хорошую согласованность. Все это обеспечивает высокую степень достоверности полученных результатов.

Исследования, представленные в диссертации, были **апробированы** на российских и международных научных конференциях. Основные результаты, содержащиеся в диссертации, изложены в восьми печатных изданиях: **4 рецензируемых научных статей** в журналах из Перечня ВАК РФ и 4 – в тезисах докладов.

Личный вклад. Результаты диссертационной работы получены автором лично или при его непосредственном содействии. Автор принимал активное участие в планировании и проведении экспериментов, обработке и интерпретации экспериментальных данных, подготовке публикаций в рецензируемых научных изданиях, а также лично представлял результаты работы в виде устных докладов на ведущих международных и российских конференциях.

Автореферат и научные публикации полностью отражают содержание диссертации. Тематика, методы исследования и полученные результаты полностью соответствуют специальности 1.3.20.-«Кристаллография, физика кристаллов».

Замечания по диссертационной работе:

1. Отсутствует четко сформулированное разделение цели и задач работы. Сложная формулировка поставленной цели уже содержит в себе перечень задач, которые направлены на решение одной общей цели – «определение особенностей морфологии, структуры и дефектов различных кристаллов карбида бора».
2. Одним из пунктов цели указано – «аттестация метода иДФК ПРЭМ для идентификации позиций атомов бора и углерода в элементарной ячейке». Аттестация метода – это исследование и подтверждение соответствия метода установленным метрологическим требованиям к проводимым данным методом измерения. В диссертации идет речь об исследовании возможностей применения метода иДФК ПРЭМ для идентификации позиций атомов бора и углерода в карбиде бора и разработке методических рекомендаций, на основе проведенных исследований, а не об аттестации. Желательно не использовать слово аттестация в формулировке целей и в выводах, поскольку аттестации метода, по сути, не было осуществлено. Кристаллографические параметры, также не могут быть аттестованы, скорее всего, установлены и представлены.
3. В разделе 2.1. материалы указаны методы и параметры синтеза изучаемых образцов. Данный раздел написан весьма сдержанно. Из текста остается непонятным, принимал ли соискатель непосредственное участие при синтезе перечисленных соединений, или же он получил их уже готовыми для дальнейших исследований.
4. Ни в автореферате, ни в диссертации нет четких выводов по поводу применения результатов, полученных в ходе исследования квазикристаллов сплава системы Al-Cu-Fe к исследованию квазикристаллов карбидов бора. Нет четкого обоснования, для чего выполнялась эта работа в рамках исследования особенностей морфологии, структуры и дефектов кристаллов карбидов бор.

Заключение

Представленная диссертационная работа **«Особенности морфологии, структуры и дефектов кристаллов карбида бора»** является законченной научно-исследовательской квалификационной работой. По своему содержанию, объему, новизне, научной и практической значимости результатов она отвечает критериям п.9 действующего Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. №842, а ее автор Павлов Иван Сергеевич за результаты комплексного исследования особенностей морфологии, структуры и дефектов кристаллов

карбида бора заслуживает присуждения ему научной степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.10. – кристаллография, физика кристаллов.

Отзыв составлен на основании рассмотрения текста диссертации, автореферата и очного доклада по материалам диссертации Павлова Ивана Сергеевича на научном семинаре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт экспериментальной минералогии имени академика Д.С. Коржинского Российской академии наук (ИЭМ РАН), обсуждения и одобрения работы на заседании Ученого совета ИЭМ РАН 13 ноября 2023 года и утвержден протоколом №7 от 13 ноября 2023 года.

Отзыв составили д.г.-м.н., и.о. зав. лабораторией мантии, главный научный сотрудник ИЭМ РАН А.В. Спивак и к.т.н., старший научный сотрудник ИЭМ РАН А.А. Вирюс

И.о.зав.лаб. мантии, г.н.с. ИЭМ РАН,
Д.г.-м.н.

А.В.Спивак

С.н.с. ИЭМ РАН,
К.т.н.

А.А. Вирюс

Ученый секретарь ИЭМ РАН,
К.г.-м.н.

Т.Н. Ковальская

Почтовый адрес: 142432, Московская обл., г.о. Черноголовка, ул. Академика Осипяна, д.4.

Телефон: +7(49652)44425, +7(49652)49687

Адрес электронной почты: IEM_direct@iem.ac.ru, postmaster@iem.ac.ru

Организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт экспериментальной минералогии имени академика Д.С. Коржинского Российской академии наук

Web-сайт организации: <http://www.iem.ac.ru>



Подпись: А.В. Спивак, А.А. Вирюс, Т.Н. Ковальская
Зав. ком. Е.И. Сухомирове Е.П.