«УТВЕРЖДАЮ»
Директор Химико-
технологического блока
АО «Росатом Наука» -
управляющей организации
АО «НИИграфит»

_____ А.И. Голиней

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Акционерного общества «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита «НИИграфит» (АО «НИИграфит») по диссертации Романова Никиты Сергеевича на тему: «Высокотеплопроводные полимерные композиционные наноматериалы на основе эксфолиированных нанолистов нитрида бора и графита», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Диссертация Романова Никиты Сергеевича на тему «Высокотеплопроводные полимерные композиционные наноматериалы на основе эксфолиированных нанолистов нитрида бора и графита» выполнена в отделе технологии пленочных материалов управления функциональных материалов акционерного общества «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита «НИИграфит» (АО «НИИграфит»).

В 2019 г. Романов Н.С. окончил с отличием бакалавриат федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» по направлению подготовки 18.06.01 «Химическая технология».

В 2021 г. Романов Н.С. окончил с отличием магистратуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» по направлению подготовки 28.04.04 «Наноматериалы».

В 2021 – 2025 гг. обучался в очной аспирантуре федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» по направлению подготовки 28.06.01 – Нанотехнологии и наноматериалы.

Диплом об окончании аспирантуры выдан в 2025 году.

В настоящее время работает в должности младшего научного сотрудника отдела технологии пленочных материалов АО «НИИграфит».

Научный руководитель – кандидат химических наук по научной специальности 1.4.10 – Коллоидная химия, начальник управления функциональных материалов АО «НИИграфит» Данилов Егор Андреевич.

По итогам обсуждения диссертации Романова Н.С. «Высокотеплопроводные полимерные композиционные наноматериалы на основе эксфолиированных нанолистов нитрида бора и графита» принято следующее заключение.

Актуальность темы исследования

Стремительное развитие интегральных схем и миниатюризация и электронных устройств повышает важность решения проблем, связанных с отводом и рассеиванием избыточного тепла, образующегося при их работе. По некоторым данным, более половины отказов электронных устройств приходится на возникновение малоконтролируемых локальных перегревов. Решением данной проблемы является использование термоинтерфейсов, обеспечивающих плотное прилегание радиатора к тепловыделяющему компоненту и, тем самым, снижающих тепловое сопротивление в сборке.

Перспективным типом термоинтерфейсов являются термопрокладки, представляющие собой гибкие ПКМ и обладающие следующими ключевыми преимуществами перед своими аналогами: низкая плотность и стоимость, технологичность в изготовлении и монтаже, высокие электроизоляционные характеристики, а также возможность получения материалов с контролируемой анизотропией свойств. Последнее особенно важно для оптимального распределения тепловых потоков в термоинтерфейсе, что позволяет решить проблему локального перегрева. Использование слоистых наполнителей с большим аспектным отношением (2D-материалов) способствует увеличению анизотропии коэффициента теплопроводности термоинтерфейсов, а также снижению порогов перколяции. Одним из наиболее эффективных методов получения 2D-материалов является ультразвуковая эксфолиация.

На сегодняшний момент не приведено обобщающих представлений, объясняющих механизм ультразвуковой эксфолиации, поэтому большинство исследователей выбирают термодинамический подход на основе представлений о минимизации энергии Гиббса смешения дисперсной фазы (ДФ) и дисперсионной среды (ДС). Согласно этому подходу, увеличение эффективности эксфолиации можно добиться за счет уменьшения энтальпии смешения, т.е. за счет обеспечения совпадения поверхностных энергий ДФ и ДС, что количественно может быть описано параметрами растворимости Хансена – набором из трех параметров, учитывающих дисперсионные, полярные силы взаимодействия и силы взаимодействия водородных связей в веществе.

Цель работы: разработка метода ультразвуковой эксфолиации для получения нанолистов нитрида бора и графита с высоким выходом (более 7 %) и высокотеплопроводных полимерных композиционных наноматериалов на их основе.

Задачи работы:

- выбор дисперсионной среды для проведения ультразвуковой эксфолиации, обеспечивающей высокий выход и латеральные размеры при малой толщине получаемых нанолистов;
- определение влияния природы и концентрации дисперсной фазы, продолжительности эксфолиации на выход эксфолиированных частиц;
- получение полимерных композиционных материалов с высокими коэффициентами теплопроводности и значениями анизотропии коэффициента теплопроводности;
- получение полимерных композиционных материалов со смешанным наполнителем, состоящим из микрочастиц и нанолистов, с целью улучшения теплофизических свойств;
- повышение термической стойкости и температурной стабильности теплофизических свойств полимерных композиционных материалов за счет применения высоких содержаний микрочастиц и нанолистов наполнителя.

Научная новизна:

1) Получены суспензии нанолистов нитрида бора концентрации до 3,3 г/л с выходом до 10% в водно-спиртовых средах и нанолистов графита концентрацией до 1,4 г/л с выходом до 14% в этаноле, что превосходит лучшие опубликованные данные, которые составляют 1,86 г/л для нанолистов нитрида бора в смеси моноэтаноламин/вода и 1,0 г/л для нанолистов графита в N-метил-2-пирролидоне.

2) Определены параметры растворимости Хансена для нанолистов нитрида бора и графита, полученных методом ультразвуковой эксфолиации. Определены оптимальные интервалы составов водно-спиртовых сред для проведения процесса ультразвуковой эксфолиации, а также термодинамические параметры (изменение энтропии смешения, энтальпии смешения и энергии Гиббса смешения) процесса эксфолиации.

3) Установлены зависимости выхода и концентрации нанолистов нитрида бора и графита от состава водно-спиртовой дисперсионной среды, начальной концентрации слоистого кристалла и продолжительности эксфолиации.

4) Получены полимерные композиционные материалы на основе графита с коэффициентом теплопроводности более 63 Вт/м·К при анизотропии коэффициента теплопроводности до 18. На основе нитрида бора получены диэлектрические материалы с коэффициентом теплопроводности более 5,5 Вт/м·К с диэлектрической проницаемостью менее 3,3 и тангенсом угла

диэлектрических потерь менее 0,02. Свойства разработанных материалов превосходят лучшие опубликованные литературные данные.

5) Показано, что теплофизические свойства материалов со смешанными наполнителями выше, чем материалов, полученных с использованием только микро- или наночастиц, при этом максимальному коэффициенту теплопроводности 72 Вт/м·К для пленок силикон/графит и 6,9 Вт/м·К для пленок силикон/нитрид бора соответствует содержание нанолистов 5 % от общего объема наполнителя.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1) Показана возможность получения высококонцентрированных суспензий нанолистов нитрида бора и графита с помощью эксфолиации в ультразвуковой ванне. Наиболее высокого выхода удалось достичь при продолжительности эксфолиации 24 часа, исходной концентрации частиц 10 г/л в этаноле для графита и в смеси вода/этанол для нитрида бора, что превосходит лучшие опубликованные данные.

2) Рассчитаны параметры растворимости Хансена для нанолистов нитрида бора и графита. На основе полученных значений определен оптимальный состав водно-спиртовой дисперсионной среды для проведения эксфолиации и произведена оценка термодинамических параметров процесса эксфолиации.

3) Показано, что использование графита и нитрида бора, в т.ч. с добавлением нанолистов, в качестве наполнителя позволяет получить наполненные силиконы с уникальным комплексом тепло- и электрофизических свойств, что открывает пути для использования их в качестве термоинтерфейсов для охлаждения современных теплонагруженных электронных устройств.

Методология и методы исследования

Достоверность результатов работы подтверждается использованием стандартизованных методов исследования, сопоставлением полученных результатов с данными современной научной литературы, проведением измерений на статистически значимом объеме образцов, а также использованием широкого спектра современных физических и физико-химических методов анализа: метода лазерной вспышки, термогравиметрии, дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгенофазового анализа, ИК-спектроскопии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии, комбинированного метода лазерной дифракции и анализа изображений, динамического светорассеяния, спектроскопии электрического импеданса.

Личный вклад автора

На всех этапах работы автор самостоятельно проводил эксперименты по получению и исследованию теплофизических свойств материалов; автор участвовал в планировании эксперимента и выборе научно-технических

решений, в анализе научно-технических источников и оригинальных экспериментальных результатов, в подготовке публикаций по теме диссертационного исследования.

Соответствие диссертации паспорту научной специальности

Диссертационная работа Романова Никиты Сергеевича на тему «Высокотеплопроводные полимерные композиционные наноматериалы на основе эксфолиированных нанолистов нитрида бора и графита» соответствует паспорту научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы в части пунктов:

п. 3.1. Экспериментальные исследования процессов получения и технологии наноматериалов, формирования наноструктур на подложках, синтеза порошков наноразмерных простых и сложных оксидов, солей и других соединений, металлов и сплавов, в том числе редких и платиновых металлов;

п. 3.2. Выявление влияния размерного фактора на функциональные свойства и качества наноматериалов;

п. 3.7. Исследование структуры, свойств и технологии композиционных наноструктурированных материалов;

п. 3.8. Исследование физико-химических свойств неорганических наполнителей.

Полнота изложения материалов диссертации

По материалам исследований, обобщенных автором в диссертации, опубликовано 16 научных работ, в том числе 5 статей в журналах, индексируемых в международных базах данных Scopus и Chemical Abstracts, 8 тезисов докладов в сборниках трудов и сборниках тезисов всероссийских и международных конференций, получено 2 патента РФ на изобретение.

Апробация работы

Результаты диссертации представлены на международных и всероссийских конференциях, в том числе на: Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспектива-2021» (23-26 апреля 2021 г., Эльбрус); 13-й Международной конференции «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (24-26 ноября 2021 г., г. Москва, г. Троицк); 14-й Международной конференции «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (7-9 июня 2022 г., г. Москва, г. Троицк); 9-й Международной конференции «Saint-Petersburg OPEN 2022» (24-27 мая 2022 г., г. Санкт-Петербург); 15-й Международной конференции «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (7-9 июня 2023 г., г. Москва); 17-й Международной конференции «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (4-6 июня 2025 г., г. Москва, г. Троицк).

Основные работы по теме диссертации

Публикации в изданиях, индексируемых в международных базах данных:

1) Romanov N.S. Preparation of Boron Nitride Nanosheets by Liquid-Phase Sonication: Selection of Dispersion Medium / N.S. Romanov, E.M. Bogomolova, E.A. Danilov // Colloid Journal – 2026. – Vol. 88, No. 1, 13p. (**Scopus**)

2) Romanov N.S. Boron nitride nanosheets as prospective filler for dielectric thermally conductive elastomeric films / N.S. Romanov, E.A. Danilov, I.A. Komarov // Inorganic Materials – 2025. – Vol. 61, No. 7–15, P. 86–95 (**Scopus**)

3) Danilov E.A., Romanov N.S., Gurova E.M., Samoilov V.M. Temperature Dependencies of Thermal Properties of Dielectric Polymer Composite Materials Based on Hexagonal Boron Nitride and Phenol-Formaldehyde Resin // Inorganic Materials: Applied Research – 2025. Vol. 16, No. 5, P.1313–1323. **(Scopus)**

4) Romanov N.S., Danilov E.A., Gurova E.M., Grishukhina E.A. Obtaining and Thermophysical Properties of Thermal Liners Based on Silicone Elastomer Filled with Hexagonal Boron Nitride // Journal of Engineering Physics and Thermophysics – 2024. – Vol. 97, No. 6, P.1605–1612. **(Scopus)**

5) Romanov N.S. Thermal and dielectric properties of elastomeric silicone-based films filled with hexagonal boron nitride / N.S. Romanov, E.A. Danilov, E.M. Gurova, E.A. Grishukhina, V.M. Samoilov // Inorganic Materials: Applied Research – 2026. – Vol. 17, No. 1, P.127– 135. **(Scopus)**

Публикации в прочих изданиях:

1) Романов Н.С., Гурова Е.М., Данилов Е.А. Получение анизотропных высокотеплопроводных силиконовых термопрокладок для охлаждения электронных устройств / Н.С. Романов, Е.М. Гурова, Е.А. Данилов // Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита – 2023: Сборник статей. – Москва: Научные технологии, 2023. – С.160-170.

Публичные доклады на международных и всероссийских конференциях:

1) Романов Н.С. Влияние наполнителя на температуропроводность эластичных термопрокладок для охлаждения электронных компонентов / Н.С. Романов, С.А. Варламов, Е.А. Данилов // Перспектива – 2021: материалы Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Эльбрус, 23 – 30 апреля 2021 года. Том IV. – Эльбрус: ООО «ИКЦ «Эксперт», 2021. – С.194-198.

2) Варламов С.А. Численное моделирование влияния толщины и теплопроводности термоинтерфейса на эффективность охлаждения в электронной сборке с радиатором / С.А. Варламов, Н.С. Романов, Е.А. Данилов // Перспектива – 2021: материалы Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Эльбрус, 23 – 30 апреля 2021 года. Том IV. – Эльбрус: ООО «ИКЦ «Эксперт», 2021. – С.53-56.

3) Романов Н.С. Влияние способа измельчения графитового наполнителя на температуропроводность наполненных теплорассеивающих пленок / Н.С. Романов, Е.А. Данилов, С.А. Варламов, А.В. Ворхлик // Тринадцатая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (г. Москва, 24 – 26 ноября 2021 г.). Тезисы докладов. – Москва. – 2021. – 245 с. – С.176-177.

4) Романов Н.С. Получение анизотропных высокотеплопроводных силиконовых термопрокладок для охлаждения электронных устройств / Н.С. Романов, Е.М. Гурова, Е.А. Данилов// Четырнадцатая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (г. Москва, 07 – 09 июня 2022 г.). Тезисы докладов. – Москва. – 2021. – 211 с. – С.148-149.

5) Romanov N.S., Gurova E.M., Danilov E.A. Exfoliation of h-BN for silicone-based thermal pads – effective heat management material in electronics // Saint Petersburg OPEN 2022. Book of abstracts 9th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures. May, 24 – 27, 2022, Saint-Petersburg, Russia. – National Research University Higher School of Economics – St. Petersburg, 2022. – P.704-705.

6) Романов Н.С., Гурова Е.М., Данилов Е.А. Влияние природы полимерной матрицы на теплофизические и механические свойства композиционных графитонаполненных плёнок// Пятнадцатая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» (г. Москва, 07 – 09 июня 2023 г.). Тезисы докладов – Москва. – 2023. – 271 с. – С.196-197.

7) Данилов Е.А. Эксфолиация природного графита и гексагонального нитрида бора в водно-спиртовых средах / Е.А. Данилов, Н.С. Романов, Е.М. Богомолова, К.Ю. Елисеева, В.М. Самойлов // Семнадцатая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». (г. Москва, 04 – 06 июня 2025 г.). Тезисы докладов – Москва. – 2025. – 177 с. – С.60-61.

8) Данилов Е.А. Влияние природы полимерной матрицы на свойства композиционных материалов на основе природного графита и гексагонального нитрида бора / Е.А. Данилов, Н.С. Романов, Е.М. Богомолова // Семнадцатая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». (г. Москва, 04 – 06 июня 2025 г.). Тезисы докладов – Москва. – 2025. – 177 с. – С.58-59.

Патенты на изобретения:

1) Патент № 2765849 C1 Российская Федерация, МПК C09K 5/00, H01L 23/36, C08L 61/10. Способ получения теплорассеивающего анизотропного конструкционного диэлектрического композиционного материала и теплорассеивающий анизотропный конструкционный

диэлектрический композиционный материал: № 2021109555 : заявл. 07.04.2021 : опубл. 03.02.2022 / Е.А. Данилов, В.М. Самойлов, И.М. Каплан, Н.С. Романов; заявитель Акционерное Общество «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита «НИИГрафит».

2) Патент № 2786676 С1 Российская Федерация, МПК С08К 3/04, С08J 5/18, С08J 3/20. Способ получения материала теплопроводящего композиционного листового анизотропного и материал теплопроводящий композиционный листовой анизотропный: № 2022101091 : заявл. 18.01.2022 : опубл. 23.12.2022 / Е.А. Данилов, В.М. Самойлов, Н.С. Романов ; заявитель Акционерное общество «Наука и инновации».

Оценка диссертационной работы

Диссертационная работа Романова Никиты Сергеевича является завершенной научно-квалификационной работой, содержащей результаты, полученные на основании исследований, проведенных на высоком научном и техническом уровне с применением современных методов исследования. Научные положения, выводы и рекомендации, сформулированные автором, теоретически обоснованы и не вызывают сомнений. Представленные в работе результаты принадлежат Романову Н.С.; они оригинальны, достоверны и отличаются научной новизной и практической значимостью.

Постановили:

С учетом научной зрелости автора, актуальности, научной новизны и практической значимости работы, а также ее соответствия требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», предъявляемым к подобным работам, диссертация на тему: «Высокотеплопроводные полимерные композиционные наноматериалы на основе эксфолиированных нанолистов нитрида бора и графита» рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы.

Заключение принято на заседании Научно-технического совета Акционерного общества «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита «НИИграфит», состоявшемся 02 октября 2025 года, протокол № 9. В обсуждении приняли участие: г.н.с., д.т.н. В.М. Самойлов; главный технолог по производству углерод-карбидокремниевых материалов, д.т.н. И.А. Бубненков, ученый секретарь, к.т.н. Т.Д. Фирсова; начальник испытательного центра, к.т.н. А.В. Находнова; начальник группы неразрушающих, теплофизических методов исследования Испытательного центра А.С. Круглова, заместитель директора по науке и инновациям, к.т.н. А.Р. Гареев.

Принимало участие в голосовании 16 человек.

Результаты голосования: «За» – 16 человек, «Против» – нет, воздержались – нет, протокол № 9 от 02 октября 2025 года.

Заместитель председателя НТС,
заместитель директора по науке и инновациям
АО «НИИграфит», к.т.н. А.Р. Гареев

Ученый секретарь НТС,
ученый секретарь АО «НИИграфит», к.т.н. Т.Д. Фирсова