

**на автореферат диссертации Кораблёвой Елены Алексеевны «Физико-химические закономерности синтеза и спекания наноструктурных материалов на основе  $ZrO_2$ », представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов**

Развитие науки, растущие потребности техники и появившиеся в последние несколько десятков лет возможности нанотехнологий привели к созданию огромного количества принципиально новых материалов и к существенному улучшению характеристик уже существующих. Скачок в развитии керамических материалов следует отметить отдельно. В середине XX века под словом «керамика» подразумевали в большинстве случаев твердые неметаллические системы преимущественно на основе различных силикатов (фарфор, фаянс, строительная керамика) и огнеупоры (магнезит, корунд). Сегодняшние представления о керамиках намного шире, что не в последнюю очередь вызвано созданием целого класса керамических материалов, не существовавших в середине прошлого века и обладающих разнообразными служебными свойствами: электрическими, магнитными, оптическими, механическими, термическими, химическими и биомедицинскими.

С этой точки зрения представленная к защите диссертационная работа является актуальной и своевременной.

Цель работы – проведение исследования физико-химических процессов, протекающих при синтезе и спекании материалов на основе диоксида циркония из нанокристаллических порошков и получения наноструктуры, отвечающей за повышение проводящих и термостойких свойств керамики при температурном применении.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

- осуществлён контролируемый и воспроизводимый синтез керамических материалов с наноструктурой из исходных нанокристаллических порошков с оптимальным размером частиц агломератов в системе  $ZrO_2 - Y_2O_3$  и  $ZrO_2-MgO$ .
- изучено влияние спекания с быстрым темпом нагрева и охлаждения на размер кристаллитов, эволюцию фаз и относительную плотность керамического материала в системе  $ZrO_2 - Y_2O_3$ ;
- исследовано влияние наноструктуры керамического материала в системе  $ZrO_2 - Y_2O_3$  на его проводящие свойства при длительном температурном воздействии;
- изучены процессы фазообразования, спекания и формирования наноструктуры керамического материала в порошковых системах  $ZrO_2 - CaO$ ,  $ZrO_2-MgO$ , обеспечивающей его стойкость термоудару в расплавах металлов

Научная новизна представленной к защите работы заключается в следующих положениях:

- установлены оптимальные свойства исходных порошков на основе  $ZrO_2$ , которые являются обязательным условием для получения плотной керамики с размерами кристаллитов до 100 нм после спекания;
- показано на примере системы  $ZrO_2-Y_2O_3$  влияние параметров спекания на процесс фазообразования и получения плотной наноструктуры с размером кристаллитов до 100 нм, позволяющей увеличить проводящие и механические свойства в 1,5 раза по сравнению со свойствами керамики с макроструктурой;
- доказано, что введение добавки оксида алюминия до 1 мол% к  $ZrO_2$  (4 мол %  $Y_2O_3$ ) при

быстром охлаждении увеличивает содержание кубической кристаллической фазы и проводящие свойства, по сравнению со свойствами  $ZrO_2$  (4 мол%  $Y_2O_3$ ) без добавки.

- выявлена фазовая и структурная устойчивость и стабильность проводящих свойств наноструктурной керамики на основе диоксида циркония, независимо от количества стабилизирующего оксида, при длительном температурном воздействии при  $850^\circ C$  в течение 1200 ч;

- установлено влияние соотношения исходных порошков в смеси, дисперсность, параметров спекания керамического материала на основе диоксида циркония, стабилизированного двумя оксидами  $CaO$ ,  $MgO$  на получение наноструктуры, отвечающей за увеличение термостойкости, по сравнению с керамикой на основе диоксида циркония, стабилизированного одним из стабилизирующих оксидов:  $MgO$  или  $CaO$ .

Достоверность полученных в работе результатов и обоснованность выводов подтверждается совпадением результатов, полученных различными методами анализа, в том числе и теоретического; большим объёмом проведённых исследований с использованием современных методик измерения, а также сравнением полученных данных с данными имеющимися в отечественной и зарубежной технической литературе; признанием научной общественностью публикаций в научно-технических журналах.

К несомненным достоинствам, представленной к защите работы следует отнести разработку ряда керамических материалов которые нашли применение для изготовления выпускаемых в опытном производстве АО «ОНПП «Технология» имени А.Г. Ромашина» чувствительных элементов для датчиков концентрации кислорода в жидкометаллическом теплоносителе ядерного реактора, износостойких деталей в качестве элементов для датчиков диэлектрической проницаемости, плунжеров топливных насосов и пинов для контактной сварки, твердых электролитов электрохимических устройств - датчиков парциального давления кислорода, термостойких изделий: тиглей, втулок, пробирок, сопел, дозаторов и огнеупорных секторов с  $T_{экспл} = 2000^\circ C$

Кроме того необходимо отметить что по результатам проведённой работы автором получено 6 патентов РФ на изобретение, что является несомненным подтверждением технической новизны полученных в работе результатов.

В качестве замечания по работе необходимо отметить, что в автореферате:

1 – «Установлена возможность повышения активности к спеканию исходных порошков систем  $ZrO_2 - Y_2O_3$ ,  $ZrO_2 - MgO$ , полученных химическим методом, для синтеза материалов с плотной наноструктурой с предельным размером до 100 нм, посредством проведения дополнительной дезагрегации промежуточных продуктов химической реакции (гидроксидов)», тезис 2 – научная новизна, стр. 4. На мой взгляд, признание этого тезиса научной новизной является спорным. Помол гидроксидов в этиловом спирте и ацетоне, полученных методом химического соосаждения из растворов соответствующих водорастворимых солей металлов практиковался во всех диссертационных работах аспирантов Лукина Е.С. проводимых в период 1978 – 1990 гг.

2 – «Измерение» размеров кристаллитов и образование метастабильных фаз «измеряли» методом РФА. стр. 5. Необязательное повторение.

3 – «После фильтрации, промывки и сушки смесь гидроксидов проходила термообработку в «интервале температуры  $1200^\circ C$ » с выдержкой при этой температуре 4 часа с целью образования твёрдого раствора оксидов в виде частиц порошка». стр. 8. В тексте автореферата не приведено интервала температур.

4 – «В работе для дополнительной дезагрегации частиц порошков или получение порошков с

«мягкими» агломератами - применяли способ механической активации и измельчения промежуточных соединений гидроксидов». стр. 8. Какими цифровыми параметрами можно охарактеризовать «мягкие» агрегаты ?

5 - Таблица 3, стр.8, столбцы Д ср., мкм «до помола» и «после помола» - сравниваем. Отсутствие в численных значениях этой величины погрешности её измерения затрудняют сравнение полученных результатов.

6 - Рисунок 4, стр. 14. – подрисовочная подпись «Температурные зависимости электропроводимости керамики с содержанием оксида иттрия а) Т4 (4мол %) б) К8 (8мол %), в) К10 (10мол %), спеченной с различными скоростями охлаждения». Должно быть три графика, а на рис.4 представлено 4 графика – а, б, в, г.

Отмеченные замечания не влияют на общее хорошее впечатление от представленной к защите работы.

Считаю, что представленная к защите работа является интересным, законченным научным исследованием, имеющим, как большое общетеоретическое, так и практическое значение, соответствует требованиям пункта 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (в редакции постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842) (ред. от 01.10.2018, с изм. от 26.05.2020) предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, и паспорту заявленной специальности 05.17.11 - «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», а её автор Кораблёва Елена Алексеевна, несомненно, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Тарасовский Вадим Павлович, к.т.н.

Специальность: 05.17.11-химическая технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Лауреат Премии правительства РФ в области науки и техники

Лауреат премии им А.Н. Косыгина

Член Российской Инженерной Академии

Место работы: ООО «Научно-технический центр «Бакор»

Должность: советник генерального директора

Адрес: 108851, г. Москва, ул. Южная, д. 17

Электронная почта: [tarasvp@mail.ru](mailto:tarasvp@mail.ru); Тел.: 8-916-401-75-23



Подпись кандидата технических наук,

Тарасовского Вадима Павловича заверяю: *Лавровских ОК* *ЛП* *О.В. Тубина*