

Отзыв

официального оппонента на диссертационную работу Сениной Марины Олеговны на тему: **«Исследование влияния уплотняющих добавок различного механизма действия на спекание керамики из алюмомагниево-шпинели»**, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

К современным конструкционным материалам ответственного назначения, в частности, к материалам для средств оптической бронезащиты предъявляются высокие требования по свойствам: высокие оптические показатели в широком диапазоне спектра, физико-химические свойства и прочностные характеристики. Прозрачная керамика из алюмомагниево-шпинели соответствует описанным требованиям. Керамика из шпинели, в сравнении с материалами-конкурентами, обладает более высоким светопропусканием в видимом, ИК- и радиодиапазонах спектра. Также потенциальным преимуществом является более производительная технология.

Однако существующая технология получения керамики из алюмомагниево-шпинели существующими методами все еще остается достаточно дорогостоящей из-за высоких температур и сложной оснастки, и требует интенсификации и модернизации. Актуальным вопросом является удешевление технологий создания высокоплотной прозрачной керамики, а также повышение как светопропускания, так и прочности такой керамики.

Получение высокоплотной беспористой керамики является актуальным вопросом материаловедения. Такую керамику практически невозможно синтезировать без применения специальных уплотняющих добавок, механизм действия которых может быть различен.

Для получения высокоплотной прозрачной керамики широко применяется использование спекающих добавок, которые позволяют снизить температуру спекания и повысить энергоэффективность процесса. Влияние спекающих добавок на свойства керамики из АМШ ранее рассматривалось не так широко, поэтому данный вопрос представляет интерес и является актуальным. Увеличение прочностных и оптических характеристик, а также снижение температуры спекания керамики из АМШ несомненно являются актуальными вопросами современного материаловедения.

Представленная работа является завершенным циклом исследований – от сырья до получения конечных опытных образцов и оценки их свойств.

Цель работы – выявление закономерностей уплотнения керамики на основе алюмомагниевого шпинели при спекании в вакууме путем применения спекающих добавок различных механизмов действия: активирующая жидкофазный механизм спекания испаряющаяся добавка оксид бора B_2O_3 , образующий твердый раствор со шпинелью оксид галлия Ga_2O_3 , добавка комбинированного действия – фторид лития LiF.

Степень обоснованности научных положений

Автором работы рассмотрено влияние добавки LiF на свойства керамики на основе алюмомагниевого шпинели, определено комбинированное действие фторида лития в качестве спекающей добавки, что проявляется в изменении механизма спекания. Комбинированное воздействие приводит к интенсификации процессов массопереноса и припекания частиц, обеспечивающих получение плотной керамики.

В работе рассматривается действие добавки оксида галлия. Определена концентрация оксида галлия и фторида лития в АМШ, позволяющая получать стабильные монофазные твердые растворы с кубическим типом кристаллической решетки, что позволяет создавать прозрачную керамику на

основе АМШ. Оптимальная концентрация оксида бора способствует образованию более плотной структуры керамики из алюмомагниевого шпинели.

Показано, что добавки, действующие разными механизмами: активирующая жидкофазный механизм спекания испаряющаяся (B_2O_3), формирующим твердый раствор (Ga_2O_3) и добавка комбинированного действия (LiF), способствуют образованию плотной структуры керамики, причем наибольшей влияние на спекание оказывает фторид лития.

Установлена взаимосвязь между дефектностью частиц порошка исходной шихты, обусловленной способом синтеза компонентов, и структурой получаемой керамики. В случае использования при спекании добавки LiF, положительное действие оказывает меньшая дефектность частиц шихты, полученной методом термолиза, что можно связать с равномерным смачиванием поверхности расплавом и большей скоростью стягивания частиц.

Значимость полученных результатов для науки

В диссертационной работе Сениной Марины Олеговны приводится полный спектр исследований, подробно обосновываются методы и подходы решения вопроса получения плотной керамики из алюмомагниевого шпинели, что дает возможность оценить высокую значимость работы. Исследования подкреплены научными публикациями по материалам работы и выступлениями с докладами на многих Всероссийских и международных конференциях, а также возможностью применения разработанных материалов на основе алюмомагниевого шпинели, в частности в области средств защиты различного уровня.

Практическая значимость

Работа, несомненно, имеет прикладной характер и высокое практическое значение для производства высокоплотных керамических материалов из алюмомагнезиальной шпинели. Практическая значимость работы заключается в следующем:

- установлено влияние метода получения и температур синтеза на параметр решетки АМШ. Подобраны технологические режимы обработки порошков, удовлетворяющих требованиям для создания прозрачной керамики и методами термолиза солей и гидроксидов, а также получения прекурсора керамики методом обратного гетерофазного соосаждения;

- выявлено влияние на свойства АМШ добавок B_2O_3 и LiF, определены концентрации, позволяющие добиться максимального уплотнения: 9,6 мол. % (5,0 мас. %) B_2O_3 , 12,3 мол. % (2,5 мас. %) LiF при $T_{сп} = 1750$ °С;

- установлено влияние концентрации и способа введения спекающей добавки Ga_2O_3 и технологические параметры процесса спекания алюмомагниево-шпинели;

- результаты диссертационного исследования частично получены при финансовой поддержке гранта РФФИ по проекту № 18-33-00507, а также результаты нашли применение при проведении учебного процесса, организации обучения бакалавров по направлению подготовки 18.03.01 Химическая технология и магистров по направлению подготовки 18.04.01 Химическая технология на кафедре Химической технологии керамики и огнеупоров ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Апробация работы, структура и объем диссертации

По теме диссертации опубликованы 3 работы в научных изданиях, рецензируемых ВАК, 5 работ в научных изданиях, рецензируемых Web of

Science и Scopus, а также в тезисах 9 докладов на международных и всероссийских конференциях.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, обзора литературы, методической части, экспериментальной части, выводов, списка литературы. Материал диссертации изложен на 140 страницах машинописного текста, содержит 7 таблиц, 99 рисунков и 15 формул. Список литературы включает 86 источников.

Рассматриваемая диссертация является законченным научным исследованием. Работа выполнена на высоком научно-техническом уровне, с использованием оригинальных подходов и современных методов исследования, представляет интерес с теоретической и практической точки зрения. Кроме того, работа несет в себе серьезный вклад в создание физико-химических основ проектирования свойств и разработку технологии плотных материалов на основе алюмомагниево-шпинели.

Автореферат и диссертация имеют четкую структуру, эксперименты и выводы логично обоснованы. Работа написана хорошим научным языком. Обращает на себя внимание информативность представленных рисунков, таблиц и четкость обсуждения полученных результатов. Результаты диссертации достоверны, а заключение и рекомендации – научно обоснованы.

Диссертационную работу отличает последовательный комплекс проводимых экспериментов и соответствующих анализов. В целом, работа Сениной Марины Олеговны производит хорошее впечатление.

По содержанию работы возникли следующие замечания и вопросы:

1) Работа посвящена оптимизации спекания АМШ с целью получения плотной прозрачной керамики. Диссертант вводит разные добавки

для реализации разных механизмов спекания и уплотнения керамики. В автореферате приводится мало данных о подтверждении того или иного механизмов спекания, или смены механизма спекания, ведущего к получению плотной керамики. Эти сведения могли бы улучшить представление работы.

2) Добавки оксида бора и фторида лития обеспечивают спекание АМШ по жидкофазному механизму (по крайней мере на начальных стадиях процесса спекания). Обе добавки имеют высокое давление паров при повышенных температурах и на завершающих стадиях спекания начинают испаряться. Диссертанту было бы целесообразно привести зависимости потери массы керамики с повышением температуры обжига материала.

3) В автореферате диссертации в нескольких местах используется термин «испаряющийся механизм». Вероятно, автор имеет в виду то, что на начальных стадиях спекания за счет введения относительно легкоплавких добавок реализуется жидкофазный механизм спекания с последующим испарением легкоплавкой и высоколетучей добавки (испаряющейся добавки). В тексте диссертации автор более подробно описывает механизм спекания, в котором используются легкоплавкие добавки. Однако, представляется, что термин «испаряющийся механизм» нуждается в доработке.

4) Диссертанту отмечены другие неточности и опечатки в тексте.

Заключение и выводы

Вышеописанные замечания не снижают высокого научного уровня работы и не влияют на общую оценку выполненных исследований. Диссертация хорошо структурирована, грамотно оформлена и **полностью соответствует паспорту заявленной специальности 05.17.11.**

Считаю, что рассматриваемая диссертационная работа представляет собой законченное исследование, свидетельствующее о большом вкладе соискателя в развитие направления науки о силикатных и тугоплавких неметаллических материалах, и соответствует требованиям пп. 9-14 «Положение

о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемых к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук. Автор диссертационной работы, **Сенина Марина Олеговна**, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент:

Ведущий научный сотрудник

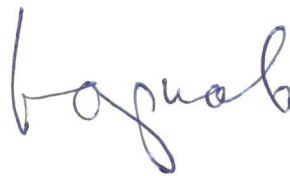
АО «Институт новых углеродных

материалов и технологий»,

доктор технических наук по специальности

05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких

неметаллических материалов



Юрков Андрей Львович

Адрес: 119234, г. Москва, ул. Ленинские горы, д. 1, стр. 11.

Тел.: 8-495-939-3482

e-mail: info@inumit.ru

Подпись Юркова А.Л. заверяю

Начальник отдела



 В.М. Андрианова