

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Черкасовой Нины Юрьевны
«Фазовый состав, структура и свойства композиционных керамических
материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония
с включениями гексаалюмината стронция», представленную на соискание
ученой степени кандидата технических наук по специальности
05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)

Актуальность темы диссертационной работы

Диссертационная работа Черкасовой Н. Ю. посвящена изучению влияния фазового состава и структуры композиционной керамики на основе оксида алюминия и диоксида циркония с включениями гексаалюмината стронция на твердость, прочность и трещиностойкость материалов. Актуальность рассматриваемой диссертационной работы определяется, прежде всего, необходимостью решения задач, связанных с повышением трещиностойкости керамических материалов, которые, не смотря на высокие твердость, модуль упругости, химическую устойчивость и жаростойкость, обладают низкой трещиностойкостью. Для решения данной задачи в работе предлагается использовать гексаалюминат стронция, пластинчатое строение которого позволяет управлять траекторией распространения трещины. Кроме того, научный интерес представляют исследования, направленные на изучение механизмов формирования гексаалюмината стронция в структуре композиционных керамических материалов.

Анализ содержания диссертационной работы

Диссертационная работа Черкасовой Н. Ю. состоит из введения, пяти разделов, заключения, списка литературы из 159 наименований, приложений. Текст работы изложен на 181 странице.

Во введении отражены актуальность работы, сформулированы цель и задачи работы, теоретическая и практическая значимость работы, сформулированы научная новизна и положения, выносимые на защиту, приведены методология и методы исследования, реализованные при выполнении диссертации.

В первом разделе диссертации представлен литературный обзор по теме исследования. Рассмотрена область применения керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония. Проанализированы способы повышения прочности и трещиностойкости керамических материалов, а также исследования отечественных и зарубежных авторов по данной тематике.

Во втором разделе приведены характеристики исходных материалов, используемых в работе, и технология получения экспериментальных образцов. Представлены методы исследования их структуры, физических и механических свойств.

Третий раздел диссертационной работы посвящен исследованию фазового состава и морфологии оксидных композиционных материалов в виде порошков и компактов. С использованием метода рентгенофазового анализа выявлен ступенчатый характер образования соединения $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ в матрице субмикронной керамики. Установлено, что при нагреве оксида алюминия и оксида стронция первоначально образуется соединение SrAl_2O_4 , которое при дальнейшем повышении температуры до $1200\text{ }^\circ\text{C}$ вступает в реакцию с избытком оксида алюминия и приводит к образованию гексаалюмината стронция.

С использованием метода растровой электронной микроскопии высокого разрешения автором зафиксировано и детально проанализировано фрагментарное строение кристаллов гексаалюмината стронция. Выявлено, что увеличение содержания оксида стронция, вводимого в порошковую смесь, и, соответственно, увеличение количества гексаалюмината стронция приводят к снижению размера зерен оксида алюминия.

Четвертый раздел диссертации направлен на установление закономерностей формирования структуры керамики на основе оксида алюминия и диоксида циркония с включениями гексаалюмината стронция в зависимости от соотношения составляющих, а также на выявление их влияния на механические свойства материалов. В данном разделе изучены керамические материалы, технология получения которых обеспечивает формирование высокой прочности алюмоциркониевой керамики. При этом применение гексаалюмината стронция позволило повысить уровень трещиностойкости, что зафиксировано с использованием различных методик испытаний образцов. Максимальное значение критического коэффициента интенсивности напряжений разработанных материалов составляет $9\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$. Автором выявлены механизмы, способствующие торможению трещин в анализируемых материалах. В частности, значительное внимание уделено влиянию блочного и фрагментарного строения гексаалюмината стронция на траекторию распространения трещин.

В пятом разделе диссертации представлены данные о практическом использовании результатов исследований. Автором приведены рекомендации по технологическим режимам производства керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония, предназначенных для изготовления эндопротезов тазобедренного и коленного суставов, а также элементов запорной арматуры. По результатам работ, направленных на разработку материалов, обладающих высокими физико-механическими характеристиками, получен па-

тент. Полученные автором научные и технические решения были использованы в ООО ИХ «ЭкоНова» и ООО «Гло-Бел лаб».

В заключении диссертационной работы изложены основные результаты, выводы, а также перспективы дальнейшей разработки темы.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем

1. Методом рентгенофазового анализа выявлен двухступенчатый механизм образования гексаалюмината стронция в субмикронной оксидной матрице и предложена схема образования и роста пластин гексаалюмината стронция в процессе спекания.

2. Установлено, что формирование гексаалюмината стронция приводит к снижению размера зерен оксида алюминия и с увеличением объемной доли включений $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ эффект измельчения зерен Al_2O_3 возрастает.

3. Экспериментально доказана эффективность использования малых добавок гексаалюмината стронция для повышения трещиностойкости керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония при сохранении высокого уровня плотности и твердости. Рост уровня трещиностойкости объясняется рядом механизмов, реализующихся в материалах, содержащих не более 3 весовых % пластин гексаалюмината стронция, размер которых не превышает 3 мкм.

Научная значимость работы заключается в расширении представлений о механизмах формирования гексаалюмината стронция в оксидной матрице, а также в выявлении механизмов управления трещиностойкостью, связанных с блочным и фрагментарным строением пластин соединения $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$.

Практическая значимость диссертационной работы обусловлена использованием результатов диссертационной работы в производстве эндопротезов коленного и тазобедренного суставов на АО «НЭВЗ-Керамикс», также их апробации в ООО ИХ «ЭкоНова» и ООО «Гло-Бел лаб» и в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета.

Достоверность научных результатов, обоснованность выводов и научных положений, сформулированных в диссертационной работе, обеспечена комплексом взаимодополняющих исследований, проведении статистических методов обработки и использованием современного аналитического и испытательного оборудования.

Основные результаты работы представлены в 20 научных работ, в том числе 8 в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК, из них 3 статьи, входящих в Scopus; 12 в сборниках трудов всероссийских и международных научно-технических конференций. Также имеется два патента.

Соответствие содержания работы паспорту специальности 05.16.09. – Материаловедение (в машиностроении)

Диссертационная работа Черкасовой Н. Ю. соответствует следующим пунктам указанной специальности:

- п.1 – «теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий»;

- п.2 – «установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих на границах раздела в гетерогенных структурах»;

- п.3 – «разработка научных основ выбора материалов с заданными свойствами применительно к конкретным условиям изготовления и эксплуатации изделий и конструкций»;

- п.5 – «установление закономерностей и критериев оценки разрушения материалов от действия механических нагрузок и внешней среды».

Вопросы и замечания по диссертационной работе:

1. Для измельчения исходных порошков в бисерной мельнице использовали мелющие тела из ZrO_2 , проводилась ли оценка намола, т.к. в микроструктуре спеченного оксида алюминия (серия 100А), приведенной на рис.4.5 а, отчетливо видны дисперсные включения диоксида циркония.

2. Не приведено обоснование выбора режима спекания компактных образцов при температуре $1520\text{ }^\circ\text{C}$ с изотермической выдержкой 5 ч (стр.51), дана только ссылка на публикацию автора в зарубежной печати, тогда как исследования структуры, плотности и пористости компактных материалов проводились при температурах до $1500\text{ }^\circ\text{C}$ с изотермической выдержкой 1 ч (п.3.2, стр.76). Хотя выбор режима начального этапа спекания до $800\text{ }^\circ\text{C}$ описан подробно.

3. На стр. 78 приведены результаты дилатометрических исследований для материалов 100А и 50А-50Z, проводились ли такие же исследования для систем с добавкой SrO? Если проводились, то как образование пластин гексаалюмината стронция влияет на процесс уплотнения алюмоциркониевой матрицы при спекании?

4. На основании данных, представленных в табл.4.1 (стр.100, автореферат табл.2, стр.13) автором сделан вывод, что «с увеличением содержания диоксида циркония относительная плотность образцов снижается, а значения открытой пористости и водопоглощения возрастают», что не совсем соответствует приведенным данным. Так для образцов серии 100А относительная плотность составляет $98,3\pm 0,05\%$, а для серии 50А-50Z - $98,6\pm 0,5\%$, значения открытой пористости с введением диоксида циркония вообще снижаются с 0,35 до 0,12 %,

т.е. нет однозначной зависимости. Также согласно ГОСТ 2409-2014, которым руководствовались при определении этих характеристик, значения пористости и водопоглощения округляют до первого десятичного знака, таким образом, это практически одно и то же значение.

5. Как можно объяснить полученный при проведении количественного анализа структурных составляющих материалов системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ с различным соотношением компонентов результат, что с увеличением содержания диоксида циркония в керамике продольный размер пластин $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ снижается (рис.4.13, стр.112)?

6. При определении трещиностойкости керамических материалов методом индентирования для вычислений применяют формулы, выбор которых зависит от типа трещин, развивающихся из углов отпечатка индентора. В работе не приведены данные о том, какие трещины были сформированы при индентировании исследуемых материалов, т.к. возможно их изменение от одного вида к другому с введением диоксида циркония и образованием пластин гексаалюмината стронция.

7. При вычислении значений критического коэффициента интенсивности напряжений автор использовал две формулы (стр.59), указывая на то, что одна из них формула *K. Niihara* (2.12), а другая формула *A.G. Evans* и *E.A. Charles* (2.13). Автору следует тщательно проводить проверку литературных источников, т.к. обе приведенные формулы принадлежат *K. Niihara*, при этом одна из них применяется для трещин Палмквиста, а другая для медианных трещин, и в указанном источнике [119]. В работе *A.G. Evans* и *E.A. Charles* сделан вывод совсем другой формулы.

8. В одном из пунктов выводов по главе 4 (п.2, стр.136) указано «установлена эффективность диоксида циркония в качестве составляющей, сдерживающей рост зерен оксида алюминия», что давно известно еще по первым работам *N. Claussen* и не требует дополнительного подтверждения.

По тексту диссертационной работы следует отметить и ошибки терминологического и редакционного характера:

9. На стр.12 текста написано твердость 1800 HV, а на странице микротвердость 1800 HV.

10. На стр. 7 неточность в написании пространственной группы симметрии $R63/mmc$, должно быть $R6_3/mmc$, т.к. это винтовая ось.

11. На стр.55 в формуле (2.2) для вычисления кажущейся плотности пропущена плотность воды.

12. В табл.4.2 (стр.105) для образцов серии 100А, которые состоят полностью из оксида алюминия, приведен также средний размер зерна диоксида циркония.

Указанные замечания не снижают научной и практической ценности и не влияют на общую положительную оценку работы.

Заключение

Диссертационная работа «Фазовый состав, структура и свойства композиционных керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония с включениями гексаалюмината стронция» Нины Юрьевны Черкасовой выполнена на высоком научном уровне и является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержатся решения задач, имеющих существенное значение для повышения прочностных характеристик керамических материалов. Полученные автором результаты достоверны, выводы и заключения обоснованы. Содержание автореферата в полной мере соответствует основному содержанию диссертации.

На основании изложенного представленная к защите диссертационная работа Черкасовой Н.Ю. соответствует требованиям п. 9 «Положение о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24.09.2013 г., а ее автор Черкасова Нина Юрьевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – «Материаловедение (в машиностроении)».

Официальный оппонент,
кандидат технических наук, доцент кафедры
механики композиционных материалов и конструкций
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Пермский национальный исследовательский
политехнический университет»

Валентина Борисовна Кульметьева

3.12.2019

Организация. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Пермский национальный исследовательский политехнический университет.

Адрес. 614990, Россия, Пермский край, г. Пермь, Комсомольский проспект, д. 29

Телефон: +7 (950) 47-86-529

Email: keramik@pm.pstu.ac.ru

Поступил в печать
04.12.19
Тюрин А.Р.

Кульметьева В.Б.
ЗАВЕРЯЮ
секретарь ПНИГУ
В.И. Макаревич
12 2019 г.

В отговори ознакомлена 04.12.2019 г. Черкасова Н.Ю.