

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
(ИФПМ СО РАН)

Академический просп., д. 2/4, г. Томск, 634055
Тел.: (3822) 49-18-81; факс: (3822) 49-25-76
E-mail: root@ispms.tomsk.ru; http://www.ispms.ru
ОКПО 01538612; ОГРН 1027000868971
ИНН/КПП 7021000822/ 701701001



УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФПМ СО РАН

Д.Т.Н.

Е.А. Колубаев

« 05 » 10 2020 г.

№ 15329-
На № _____ от _____
[_____]

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу
Смирнова Сергея Валерьевича «КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА
ЦИРКОНИЯ С ПОНИЖЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРОЙ СПЕКАНИЯ» представленную на
соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 –
технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Развитие современной техники требует создания перспективных материалов, обладающих высокими эксплуатационными свойствами и новыми функциональными возможностями, которые, как правило, можно получить, только зная и регулируя параметры исходных материалов. Поэтому весьма актуальным представляется проведение исследований по разработке методических основ получения высокодисперсных материалов с высокими механическими свойствами. Поэтому необходима разработка технологических подходов получения подобных веществ с улучшенными свойствами, базирующихся на формировании мелкокристаллической структуры с равномерным распределением по размерам структурных элементов. В этом отношении вопросы химической технологии, связанные с получением нанокристаллических порошков оксидов являются весьма актуальными и требуют своего совершенствования и дальнейшего развития с целью более широкого применения в промышленности. Учитывая сказанное, можно констатировать, что тема диссертационной работы Смирнова С.В. и совокупность полученных в ней результатов и в научном и в практическом плане являются **важными и актуальными**, а цель, поставленная в работе – разработка технологии получения высокопрочных керамических материалов на основе диоксида циркония с пониженной температурой спекания и установление закономерностей формирования их микроструктуры несомненно обладает научной и практической значимостью.

Анализ содержания диссертации

Диссертация состоит из введения, трех глав и выводов. Полный объем диссертации составляет 127 страниц с 53 рисунками и 7 таблицами. Список литературы содержит 148 наименований. **Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследований, показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе представлен обзор литературы. Рассматриваются общие характеристики диоксида циркония, области и перспективы использования. Описаны факторы, влияющие на структуру и фазовый состав диоксида циркония, особенности формования нанодispersных порошков. Представлены методы синтеза порошков. Описана методика расчета параметров кинетики процесса спекания с использованием кривых усадки, а также особенности спекания керамики по двум механизмам – твердофазному и с участием жидкой фазы. Сформулированы основные выводы из обзора литературы.

Вторая глава посвящена материалам и технологии получения образцов, а также методам их исследования. Описано несколько методов синтеза порошков с использованием двух прекурсоров: оксинитрата и оксихлорида циркония, в качестве осадителя использовался водный раствор аммиака, либо карбоната аммония в неводной среде. Описаны методы обработки порошка после синтеза, такие как механоактивация, термическая обработка, введение спекающих добавок, прессование с последующим обжигом, влияние термического старения на фазовый состав и дисперсность образцов.

В третьей главе представлены результаты исследований при получении керамики и ее свойств. Представлена технологическая схема получения частично-стабилизированного ZrO_2 методом соосаждения: подготовка растворов, смешение, сушка, термообработка, механоактивация, формование, спекание. Описывается проведение исследований микроструктуры порошков ZrO_2 , полученных как из оксихлорида, так и из оксинитрата циркония. Описывается исследование влияния содержания количества стабилизирующей добавки Y_2O_3 на процесс усадки и площадь удельной поверхности, исследование влияния механоактивации на процесс спекания, площадь удельной поверхности и фазовый состав порошков диоксида циркония. Представлен расчет энергии активации для наиболее интересного материала, полученного в процессе осаждения с использованием карбоната аммония и механоактивации, для определения типа процесса спекания (сочетание вязкого течения и объемной диффузии). Представлены микроструктура и фазовый состав спеченной керамики ZrO_2 с 3 мол.% Y_2O_3 , полученной в результате использования нанодispersных активных к спеканию порошков. Описаны методики получения керамики за счет введения добавок, образующих расплавы (жидкофазное спекание). Для определения распределения добавки Na_2SiO_3 в межзеренном пространстве применялся просвечивающий электронный микроскоп высокого разрешения методом Z-контраста.

Далее описаны синтез и проведенные исследование влияния добавок оксида ниобия и ниобатов щелочных металлов на спекание и свойства керамики ZrO_2 . Проведены исследования влияния комплексных добавок, интенсифицирующих процесс спекания путем образования дефектов в кристаллической решетке.

Представлены результаты биотестирования *in vitro*. Разработанные составы продемонстрировали цитосовместимость и наличие умеренных матричных свойств поверхности исходя из увеличения популяции клеток ввиду увеличения оптической плотности формазана.

В заключении представлены основные выводы диссертационной работы.

Теоретическая значимость заключается в углублении и развитии представления по созданию прочных материалов за счет формирования нанодispersных структур, которые являются следствием использования нанодispersных порошковых материалов и добавок, образующих низкотемпературные расплавы, что позволило снизить температуру спекания на 300 – 400 °С, по сравнению с образцами без добавок. Проведено исследование влияния соотношения конечных фаз спеченного материала и микроструктуры на их механические свойства.

Практическая значимость работы заключается в следующем.

Результатом работы является создание прочных керамических материалов с заданным составом, микроструктурой и механическими, химическими и биологическими свойствами. Снижение температуры спекания позволило упростить технологический процесс получения материалов (снижение энергозатрат, использование доступного отечественного термического

оборудования). Разработанные в диссертационной работе материалы могут проявить себя в качестве нерезорбируемых пористых высокопрочных материалов, формирующих каркас, в пределах порового пространства которого происходит образование костной ткани.

Достоверность результатов обеспечивается комплексным подходом к решению поставленных задач и использованием апробированных методов и методик исследования, применением статических методов обработки данных, анализом литературы, согласованием полученных результатов с данными других авторов. Все исследования были проведены на современном и поверенном оборудовании, что гарантирует достоверность полученных данных.

Все основные результаты, полученные в диссертационной работе, опубликованы в научной печати. Автореферат отражает основное содержание диссертации. Основные положения и результаты диссертации достаточно полно **опубликованы** в журналах, рекомендованных ВАК и докладах научных конференций различного уровня.

Замечания по диссертационной работе.

1. Положения сформулированы в работе не совсем удачно, поскольку они не раскрывают своей сути и не совсем понятно, что же защищает автор. Например, «влияние полиамида.....» или «влияние условий старения.....» на наш взгляд не могут быть в полной мере научным положением, т.к. не понятно о каких параметрах идет речь, как они влияют на процесс?
2. В тексте приведены рисунки (рис. 34, 38, 39, 51), на которых присутствуют рентгенограммы практически не отличающиеся друг от друга. Они никак не описаны в тексте и не приведен их анализ.
3. В работе приведены данные по жидкофазному спеканию керамики, однако отсутствует анализ с точки зрения стадий жидкофазного спекания, что позволило бы более полно провести интерпретацию получаемых свойств материалов.
4. Имеются грамматические ошибки.

Указанные замечания **не снижают** общей положительной оценки диссертационной работы и не подвергают сомнению её основные выводы.

Заключение

Диссертационная работа Смирнова С.В. «Керамические материалы на основе диоксида циркония с пониженной температурой спекания» является научно-квалификационной работой и соответствует п. II.9 «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ в части, относящейся к изложению научно обоснованных технических и технологических решений методов получения керамики с особыми свойствами. Автор заслуживает присвоения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Заведующий лабораторией ИФПМ СО РАН
д.ф.-м.н., профессор

Кульков С.Н.

Отзыв подготовлен заведующим лабораторией ИФПМ СО РАН доктором физ.-мат. наук, профессором Кульковым Сергеем Николаевичем и одобрен на семинаре лаборатории физики наноструктурных функциональных материалов ИФПМ СО РАН (протокол № 22 от 02 10 2020г.), тел. (3822)-286-986, e-mail: kulkov@ms.tsc.ru