

Отзыв

официального оппонента на диссертацию Жиренкиной Нины Валерьевны на тему: «Технология синтеза порошков на основе диоксида циркония для изготовления высокоплотной керамики» по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

На отзыв представлены диссертация объемом 159 страниц машинописного текста, содержащая 84 рисунка, 23 таблицы и 7 приложений, список литературы из 141 наименования, и автореферат.

Актуальность работы

Высокоплотные изделия на основе диоксида циркония широко применяют в качестве функциональной керамики: фильтр, втулок, уплотнений, кислородных датчиков, электролитов твёрдооксидных топливных элементов, а также в стоматологии – абатменты, коронки, импланты, виниры. Материалы для этих целей изготавливают из зарубежных порошков компаний Tosoh Corporation, DKKK, Saint-Gobain. Импортозамещение является актуальной задачей для развития промышленности в РФ и повышения её конкурентоспособности.

Целью исследования являлась разработка технологии получения порошков на основе диоксида циркония и установления параметров, определяющих получение высокоплотной керамики. При разработке технологии характеристики получаемой керамики сравнивали со свойствами керамики, изготовленной из порошка компании Tosoh (Япония) в тех же условиях: формование методом холодного одноосного прессования с последующим спеканием при температуре 1350 °С.

Диссертантом успешно выполнены поставленные в работе задачи, связанные с исследованием влияния свойств порошков диоксида циркония: размера частиц, удельной поверхности, фазового состава, значения рН точки нулевого заряда и содержания сульфат-ионов на характеристики керамики, изготовленной на основе полученных порошков.

Научная новизна диссертационной работы

Показано, что варьирование рН осаждения приводит к получению порошков диоксида циркония, обладающих различными свойствами. При этом формирование сульфатированного осадка перед осаждением, а также промывка с гидротермальной обработкой повышают различия в свойствах удельной поверхности, размеров частиц, рН точки нулевого заряда.

Предложено объяснение роста плотности от 89,5 до 96,5 % и прочности от 85 до 585 МПа керамики ввиду увеличения кислотных центров на поверхности порошка диоксида циркония за счет адсорбированных сульфат-ионов, что приводит к частичному растворению оксида иттрия, добавленного на стадии помола.

Небольшое содержание сульфат-ионов в заготовке приводит к формированию жидкой фазы до спекания оксидов, что вызывает уплотнение прессовки до спекания оксидов, при увеличении температуры начинает работать добавка оксида алюминия. Последовательная совокупность этих процессов способствует получению высокоплотной керамики при пониженной температуре спекания.

Теоретическая значимость работы заключается в получении новых знаний по выявлению комплекса свойств диоксида циркония, определяющих получение высокоплотной керамики, а также установление закономерностей влияния сульфатирования диоксида циркония чистого и стабилизированного на свойства керамики.

Практическая значимость диссертационной работы

Разработана технология синтеза порошков на основе диоксида циркония для изготовления высокоплотной керамики, что позволит решить проблему импортозамещения японских порошков в РФ. Использование относительно простого оборудования и низкие энергозатраты, а также заинтересованность АО «Чепецкий механический завод» позволит реализовать технологию в промышленном масштабе на базе завода. Полученные тонкодисперсные порошки в отсутствие стадии распылительной

сушки могут быть применимы для изготовления изделий методом шликерного литья.

Разработанная технология получения порошков гидратированного оксида циркония, обладающих высоких удельной поверхностью, может быть применена для изготовления неорганических сорбентов.

Достоверность результатов подтверждается использованием современных методов исследования порошковых материалов (лазерная дифракция, низкотемпературная адсорбция/десорбция азота, сканирующая электронная микроскопия) и керамики (прочность при трёхточечном изгибе, твердость по Виккерсу), использованием стандартных методов определения характеристик, а также публикацией результатов в международных рецензируемых изданиях.

Общая характеристика диссертационной работы

Работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и 7 приложений.

В литературном обзоре диссертант проанализировал большое количество источников, уделив внимание способам синтеза порошков диоксида циркония, и процессам, происходящим при прессовании и спекании керамики.

Исходные материалы, методики синтеза порошков, изготовление керамики, а также методики исследования свойств полученных порошков и керамики подробно описаны в главе 2.

В главе 3 проанализированы свойства зарубежного аналога производства компании Tosoh – порошка марки TZ-3Y-T. Синтезированы и исследованы порошки диоксида циркония с различными свойствами по матрице экспериментов, состоящей из 4 серий по 6 образцов в зависимости от рН осаждения методом контролируемого двухструйного осаждения. Охарактеризована роль получения основного сульфата циркония, а также промывки с последующей гидротермальной обработкой осадка гидратированного оксида циркония на свойства диоксида циркония.

Полученные порошки подвергали помолу с добавлением оксида иттрия, формовали методом холодного прессования и спекали при температуре 1350 °С для изготовления керамики. Установлены закономерности влияния свойств порошков на характеристики полученной керамики. Приготовление основного сульфата циркония с последующей промывкой и гидротермальной обработкой гидратированного оксида циркония при добавлении оксида иттрия на стадии помола позволило получить керамику с плотностью 96,5 % от теоретической и прочностью при трёхточечном изгибе 585 МПа.

В главе 4 изучено влияние свойств соосажденных с иттрием порошков диоксида циркония на свойства керамики.

Глава 5 посвящена разработке технологии получения порошков на основе диоксида циркония, наработке опытной партии, а также испытаниям синтезированных порошков и керамики на их основе в сравнении с характеристиками порошка зарубежного аналога компании Tosoh и изготовленной из него керамики. Порошки, синтезированные по разработанной технологии, по своим свойствам и характеристикам изготовленной керамики близки к зарубежному аналогу.

Полученная высокоплотная керамика перспективна для использования в качестве функциональной керамики, а также в стоматологии.

Таким образом, в диссертационной работе представлены результаты, имеющие важное значение для экономического развития РФ с точки зрения импортозамещения, которые реально применимы на практике.

Полученные в работе данные обладают новизной и являются оригинальными. Результаты соответствуют поставленной цели и задачам, тема диссертации соответствует заявленной специальности.

Работа Жиренкиной Н.В. хорошо оформлена, содержит большое количество фактического и иллюстративного материала. Основные результаты работы и выводы сформулированы автором. Автореферат в основном отражает содержание диссертации. Основные положения диссертационной работы опубликованы в 19 печатных работах, в том числе в

12 статьях в рецензируемых научных изданиях, доложены на научных конференциях различного уровня.

Замечания по работе

1. Итоги работы, сформулированные в Заключение диссертации по количеству выводов и содержанию не совпадают с выводами в автореферате диссертации.
2. В заключении диссертации отсутствуют рекомендации по использованию результатов в промышленности и науке.
3. В автореферате не представлены рекомендации по использованию результатов исследования, а также не сформулированы перспективы дальнейшей разработки темы.
4. С. 13 употреблен термин «атомная организация», хотя правильнее «атомная структура».
5. С. 16 употреблен термин «вершина трещины», следовало сказать «кончик трещины».
6. С. 64 и далее по тексту написано «коэффициент линейной усадки» и указана единица измерения %, но это тогда усадка, а не коэффициент.
7. С. 77 «диспергирующий ион», следовало сказать «диспергирующая добавка».

Вопросы по работе

1. По всему тексту при изложении материала употребляется «частица ZrO_2 », что имелось в виду, кристалл ZrO_2 или совокупность кристаллов?
2. Существует ли корреляция между усадкой и свойствами керамических заготовок? Почему на рис. 3.33 усадка у зарубежного порошка ниже, а плотность больше?

Заключение по работе

Диссертационная работа Жиренкиной Нины Валерьевны «Технология синтеза порошков на основе диоксида циркония для изготовления

высокоплотной керамики» является научно-квалификационной работой, в которой прослеживается логика и путь разработки технологии синтеза порошков с опорой на теоретические представления, а также изложены новые научно обоснованные технологические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие технологии керамики.

Работа полностью соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней в ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», а её автор, Жиренкина Нина Валерьевна заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Кащеев Иван Дмитриевич,
доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры химической технологии
керамики и огнеупоров
федерального государственного автономного
образовательного учреждения высшего
образования «Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина»


Иван Дмитриевич
Кащеев
9.11.2022

620002, Свердловская область, г. Екатеринбург,

ул. Мира, д. 19

+7 (343) 375-44-32

i.d.kashcheev@urfu.ru

ПОДПИСЬ
ЗАВЕРЯЮ.



УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ УРФУ
МОРОЗОВА В.А.



