

УТВЕРЖДАЮ

Проректор ФГАОУ ВО «Национальный  
исследовательский Томский  
политехнический университет»

по на  
д.ф.-м

« 6 »

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссе

Кузьмина Руслана Изатовича

«Формирование структуры и свойств алюмоциркониевых керамических материалов при реализации различных способов стабилизации тетрагональной фазы диоксида циркония», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение

На отзыв представлены:

- диссертационная работа объемом 229 страниц, состоящая из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка цитируемой литературы из 331 источника, приложений;
- автореферат диссертации на 20 страницах, включая список из 15 основных публикаций по теме диссертационной работы из них: 7 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК, 4 статьи в журналах, входящих в базы цитирования Scopus и Web of Science, 4 публикации в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций.

**Актуальность диссертационной работы**

Диссертационная работа Кузьмина Р.И. посвящена решению актуальной проблемы современного материаловедения, связанной с разработкой оксидных керамических материалов с высоким комплексом механических свойств. Автором проведена оценка роли фазовой стабилизации оксида циркония в формировании комплекса механических свойств алюмоциркониевой керамики, получаемой по технологии прессования с последующим свободным спеканием. Также работа направлена на детальное изучение факторов, ответственных за формирование фазового состава порошков нелегированного  $ZrO_2$  и механических свойств алюмоциркониевых керамических материалов, содержащих такие порошки.

Содержание диссертации в полной мере отражают логику, методологию, результаты и выводы проведенного исследования. Содержание автореферата адекватно отражает основные положения и результаты диссертации.

**Во введении** обоснована актуальность работы; охарактеризованы исследуемые материалы и их особенности; корректно сформулированы цель, задачи, научная новизна исследования, представлены значимость, научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы; методология исследования; защищаемые положения; степень достоверности и апробация результатов работы.

**В первой главе** выполнен достаточно подробный и объективный аналитический обзор литературы по теме исследования. Рассмотрены механизмы формирования фазового состава  $ZrO_2$  при синтезе порошков и в структуре спеченных  $ZrO_2$  и  $Al_2O_3-ZrO_2$  керамик. Проанализирован вклад различных способов стабилизации тетрагональной модификации  $ZrO_2$  в формирование механических свойств керамических материалов, упрочненных диоксидом циркония.

**Во второй главе** приведено описание режимов синтеза порошков диоксида циркония. Приведена технология получения экспериментальных образцов. Описаны методы исследования структуры, фазового состава и свойств порошков и спеченных материалов.

**В третьей главе** диссертации методами синхронного термического и высокотемпературного рентгенофазового анализа изучено влияние среды, применяемой для отмывки осадков на температуру их кристаллизации при нагреве в воздушной атмосфере. Детально изучено влияние спиртов на снижение размеров агрегатов частиц порошков диоксида циркония. Проанализировано влияние агрегации синтезированных частиц на их фазовый состав.

**Четвертая глава диссертации** посвящена исследованию структуры алюмоциркониевой керамики и оценке ее влияния на механические свойства материалов. Основное внимание уделено изучению особенностей формирования метастабильной тетрагональной фазы диоксида циркония. Автором детально проанализированы процессы, развивающиеся в приповерхностных слоях керамических образцов после гидротермальной обработки.

**В пятой главе** отражено практическое использование результатов исследований для решения реальных производственных задач. Получен патент на новый керамический материал на основе оксидов алюминия и циркония, в котором реализован комбинированный механизм упрочнения. Разработанные при выполнении диссертации материалы и технологии изготовления изделий используются акционерным обществом «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при производстве эндопротезов тазобедренных и коленных суставов.

**В Заключении** по работе сформулированы выводы, полученные в результате исследований.

#### **Основные научные результаты и их значимость для науки и производства**

Представленная диссертационная работа по структуре и содержанию полностью соответствует поставленной цели и задачам проведенного исследования. Полученные в ходе выполнения диссертационной работы результаты обладают научной новизной.

Кузьмин Р. И. провел подробные исследования особенностей формирования фазового состава порошков нелегированного  $ZrO_2$ , синтезированных методом осаждения, в частности, методом прямого осаждения из 1 М водных растворов  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ . Автором установлено, что использование этилового или изопропилового спиртов для обработки продуктов осаждения из 1 М водных растворов  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  способствует снижению размеров агрегатов порошков примерно на 50 % в сравнении с обработкой водой.

Установлено, что преобразования неравновесной фазы  $t-ZrO_2$  в  $m-ZrO_2$  развиваются на этапе снижения температуры при термической обработке осадков. При охлаждении осадков, отмываемых изопропиловым спиртом и нагретых в воздушной атмосфере до 450 °С и 600 °С, тетрагонально-моноклинное полиморфное превращение начинается в диапазоне температур 50–25 °С и 175–150 °С, соответственно. В результате увеличения температуры нагрева

осадков до 1300 °С в воздушной атмосфере температура тетрагонально-моноклинного превращения увеличивается до 890 °С. Повышение скорости охлаждения до 50 °С/мин образцов, нагретых предварительно до 450 °С, приводит к ~ 20 %-ному снижению содержания фазы  $m\text{-ZrO}_2$  в синтезированных порошках независимо от среды, применявшейся для отмывки осадков.

Соискатель установил, что введение соединения  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в смесь порошков  $m\text{-ZrO}_2$  и  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  на этапе ее диспергирования приводит к формированию в структуре спеченной керамики пластинчатых кристаллов гексаалюмината церия, что обусловлено недостатком кислорода при свободном спекании алюмоциркониевых компактов в воздушной атмосфере.

Установленные автором особенности формирования тетрагональной модификации диоксида циркония, обоснование ее влияния на свойства алюмоциркониевых керамик позволяют расширить область применения композиционных керамических материалов для изготовления изделий ответственного назначения.

**Практическое значение результатов работы** заключается в разработке материала биомедицинского назначения с высоким комплексом механических свойств, используемом акционерным обществом «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при производстве эндопротезов тазобедренных и коленных суставов. Технологические решения, обоснованные при выполнении диссертационной работы и обеспечивающие получение высокопрочной керамики, опробованы в АО «Геологика» и ООО «Гло-Бел лаб». Результаты диссертационной работы применяются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете. По результатам выполнения диссертационной работы получено 4 патента РФ.

**Достоверность научных положений, результатов и выводов**, приведенных в диссертационной работе, подтверждается использованием современного аналитического и испытательного оборудования, уровень которого соответствует передовым лабораториям в области материаловедения. Представленные в работе экспериментальные данные не противоречат результатам, полученным другими исследователями в области разработки высокопрочных керамических материалов. Полученные результаты опубликованы в рецензируемых научных журналах, а также докладывались на российских и международных научно-технических конференциях.

**По диссертационной работе Р. И. Кузьмина имеются следующие замечания:**

1) В диссертационной работе для оценки трещиностойкости спеченных материалов применяется метод четырехточечного изгиба балки с острой V-образной трещиной. Зафиксированные автором значения трещиностойкости, полученные этим методом, достаточно близки друг к другу. Для более объективной оценки влияния структуры на характер зарождения и распространения трещины следовало также использовать метод Виккерса - индентирование материала четырёхгранной алмазной пирамидкой.

2) В разделах 4.1.1 – 4.1.3 диссертации достаточно подробно рассмотрено влияние легирования матрицы  $\text{ZrO}_2$  церием на микроструктуру и свойства исследуемых керамик. Однако в разделе 4.2 отсутствуют экспериментальные результаты о низкотемпературной деградации алюмоциркониевой керамики с диоксидом циркония, легированного церием. Такие результаты представляют интерес в сравнении с приведенными результатами о низкотемпературной деградации алюмоциркониевой керамики с диоксидом циркония, легированного иттрием.

3) В выводах к пятой главе диссертационной работы указано, что получен керамический материал с высокими механическими свойствами, которые позволяют рекомендовать такую керамику для изготовления эндопротезов коленного и тазобедренного суставов. Однако автором не приведены требования к уровню свойств, которыми должен

обладать керамический материал для использования в подобных изделиях (прочность на сжатие, прочность на изгиб, микротвердость, плотность).

4) Наиболее высокие значения прочности и трещиностойкости получены автором за счет применения технологии горячего изостатического прессования (ГИП). Известно, что эта технология позволяет получать высокопрочные алюмоциркониевые керамические материалы за счет снижения пористости и формирования мелкозернистой структуры. Известно, что при размерах зерен  $ZrO_2$  меньше критического эффект трансформационного упрочнения выражен слабо, поскольку в таких зёрнах стабилизирована  $t$ -фаза. В диссертационной работе не приведены данные о размерах зёрен керамики, спеченной методом ГИП, что не позволяет оценить вклад трансформационного упрочнения в механические свойства полученных материалов.

#### **Заключение**

Представленная к защите диссертация Кузьмина Руслана Изатовича «Формирование структуры и свойств алюмоциркониевых керамических материалов при реализации различных способов стабилизации тетрагональной фазы диоксида циркония» имеет как научную, так и практическую ценность. Автореферат и публикации в научных изданиях подробно отражают содержание диссертационной работы. Выводы по диссертации являются достаточно полными, логичными и научно обоснованными. Диссертация написана корректным научно-техническим языком и подробно иллюстрирована графическим материалом, качественными изображениями микроструктур.

Диссертационная работа Р.И. Кузьмина полностью соответствует требованиям, предъявляемым Положением о присуждении ученых степеней (п. 9). Содержание диссертации соответствует научной специальности 2.6.17 – Материаловедение (в соответствии с предыдущей редакцией номенклатуры паспорту специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)) в части пунктов 1, 2, 3, 5. На основании изложенного автор работы Кузьмин Руслан Изатович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение.

Отзыв обсужден и одобрен на семинаре Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» Инженерной школы новых производственных технологий федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» 31 мая 2022 г., протокол № 5.

Директор Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»,  
доктор технических наук, профессор

Хасанов Олег Леонидович

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»  
634050, г.Томск, пр. Ленина, д.30  
e-mail: khasanov@tpu.ru  
Тел. +7(3822)42-72-42

✓ 06.06.2022

Посетитель в совете  
14.06.2022 [подпись]

Сотызови ознакомил 17.06.2022 [подпись] Кузьмин Р.И.