



Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation
Federal State Autonomous Educational Institution of Higher Education
«National Research Tomsk Polytechnic University» (TPU)
30, Lenin ave., Tomsk, 634050, Russia
Tel. +7-3822-606333, +7-3822-701779,
Fax +7-3822-606444, e-mail: tpu@tpu.ru, tpu.ru
OKPO (National Classification of Enterprises and Organizations):
02069303,
Company Number: 027000890168,
VAT/KPP (Code of Reason for Registration)
7018007264/701701001, BIC 046902001

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский
Томский политехнический университет» (ТПУ)
Ленина, пр., д. 30, г. Томск, 634050, Россия
тел.: +7-3822-606333, +7-3822-701779,
факс +7-3822-606444, e-mail: tpu@tpu.ru, tpu.ru
ОКПО 02069303, ОГРН 1027000890168,
ИНН/КПП 7018007264/701701001, БИК 046902001

УТВЕРЖДАЮ

Проректор федерального государственного
автономного образовательного
учреждения высшего образования

исследовательский
технический университет»
технологии и инновациям

____ М.С. Юсубов

____ 2019 года

ОТЗЫВ

ведущей организации 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», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

На отзыв представлены:

- диссертационная работа объемом 181 страница, состоящая из введения, пяти разделов, заключения, списка литературы, содержащего 159 источников;
- автореферат диссертации на 20 страницах, включая список из 20 основных публикаций по теме диссертационной работы, в том числе 8 – в изданиях, рекомендованных ВАК.

Актуальность диссертационной работы

Диссертационная работа Черкасовой Н. Ю. посвящена решению актуальной проблемы современного материаловедения, связанной с повышением комплекса физико-механических свойств керамических материалов, в частности - трещиностойкости совместно с твердостью, прочностью. В представленной диссертационной работе разработаны и исследованы керамические материалы на основе оксида алюминия и диоксида циркония, содержащие пластинчатые кристаллы гексаалюмината стронция, изучено их влияние на твердость, прочность и трещиностойкость такого керамического композита.

В работах российских и зарубежных исследователей показано, что использование подобных соединений пластинчатой формы является эффективным методом улучшения физико-механических свойств алюмоциркониевой керамики. Однако не сформулированы общепринятые представления о влиянии малых количеств гексаалюмината стронция (менее 3 весовых %) на механические свойства материалов. Научный интерес представляет

изучение последовательности фазовых превращений и структурных преобразований на стадии нагрева порошковых смесей исходных оксидов алюминия, стронция и циркония, результатом которых является формирование кристаллов $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ в субмикронной оксидной матрице. Практический интерес представляют данные об уровне критического коэффициента интенсивности напряжений разработанных в работе материалов, а также о влиянии размеров и морфологии пластинчатых кристаллов гексаалюмината стронция на траекторию трещин, сформированных при индентировании керамических образцов.

Поэтому тема диссертационной работы Н. Ю. Черкасовой является актуальной, отраженные в ней результаты имеют важное научное и прикладное значение.

Содержание пяти разделов диссертации, введения, заключения, списка литературных источников 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; приведен перечень федеральных программ и проектов, в рамках которых выполнены исследования; 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 первом разделе выполнен достаточно подробный и объективный аналитический обзор литературы по теме исследования. Рассмотрены подходы к получению высокопрочной керамики. Проанализированы механизмы повышения трещиностойкости, методы ее оценки.

Во втором разделе дана характеристика используемых в работе материалов; описаны примененные технологические процессы подготовки экспериментальных образцов и стадий изготовления керамических композитов; методы исследования их плотности, пористости усадки; метод прочностных испытаний; различные методики определения трещиностойкости (с акцентом на корректность и области применения каждого из них); метод определения микротвердости. Подробно описаны методики пробоподготовки и проведения исследований микроструктуры образцов растровой и просвечивающей электронной микроскопией, кристаллической структуры – методом РФА.

В третьем разделе диссертации приведены результаты исследования фазового состава и морфологии исследованных композиционных материалов как в виде порошков, так и в виде спеченных образцов.

Четвертый раздел работы посвящен выявлению закономерностей формирования зеренной структуры в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ в зависимости от соотношения компонентов; проведена оценка влияния состава композитов на комплекс их физико-механических свойств: прочности на изгиб, трещиностойкость, плотность.

В пятом разделе и в Приложениях Б, В, Г, Д обоснованно отражено практическое использование результатов исследований для решения реальных производственных задач, а также применения в учебном процессе.

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.

Черкасовой Н. Ю. проведены подробные исследования структурно-фазовых превращений, происходящих в результате нагрева порошков α - Al_2O_3 , ZrO_2 и SrO в воздушной атмосфере. Установлено, что в системе Al_2O_3 - SrO гексаалюминат стронция образуется в интервале от 1200 до 1500°C в результате химической реакции моноалюмината стронция с избытком оксида алюминия. Введение 50 весовых % диоксида циркония в порошковую смесь Al_2O_3 - SrO приводит к смещению температурного диапазона интенсивного образования гексаалюмината стронция в область более высоких температур.

Установлено влияние блочного и фрагментарного строения гексаалюмината стронция на траекторию распространения трещин, возникающих при индентировании керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония, содержание пластинчатых кристаллов $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ в которых не превышает 3 весовых %, а их продольный размер составляет не более 3 мкм. Механизмы торможения трещин связаны с отклонением траектории их распространения и продвижением вдоль ослабленных межфазных границ, формированием трещин-сателлитов, разрушением пластин гексаалюмината стронция. Заслуживает внимания предложенный соискателем механизм распространения трещин в исследуемых композитах с учетом пластинчатого характера зерен $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$, и основанный на этом подход повышения трещиностойкости.

Выявленные автором закономерности формирования структуры и особенности влияния ее на механические свойства керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония с включениями $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ позволяют расширить область применения композиционных керамических материалов для изготовления изделий, работающих в тяжелых условиях внешнего нагружения.

Практическое значение результатов работы заключается в разработке технологических решений, направленных на получение керамических изделий системы Al_2O_3 - ZrO_2 с пластинчатыми включениями $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$, отличающихся высокой прочностью на изгиб, высокими значениями твердости и трещиностойкости. Технология и режимы получения материалов используются в АО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при изготовлении эндопротезов тазобедренного и коленного суставов, а также апробированы в ООО ИХ «ЭкоНова» на примере изготовления керамических шайб, используемых в конструкции жидкостного хроматографа, и в ООО «Гло-Бел лаб» на примере поверхностного упрочнения штоков плунжерных насосов.

На основании результатов, полученных при выполнении диссертационной работе, разработан и запатентован способ получения плотных керамических материалов на основе оксида алюминия с высокими физико-механическими характеристиками, удовлетворяющих медицинским требованиям и пригодных для производства биомедицинских имплантатов.

Результаты диссертационной работы применяются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете при выполнении лабораторных работ и в лекционных курсах по дисциплинам «Основы технической керамики», «Наноструктурированные керамические материалы», «Прогрессивные материалы и технологии».

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 керамических материалов конструкционного назначения. Полученные результаты

опубликованы в рецензируемых научных журналах, а также докладывались на российских и международных научно-технических конференциях.

По диссертационной работе Н. Ю. Черкасовой имеются следующие замечания:

1) В п. 3 Научной новизны работы (стр.12), в п. 6 Заключения по работе (стр.154) для исследуемого композита 47вес.% Al_2O_3 -3вес.% $SrAl_{12}O_{19}$ -50вес.% ZrO_2 приводится значение достигнутой трещиностойкости $6,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$. Однако в таблице 5.1 (стр.142) для того же композита указано значение $8,7 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, а на стр. 143 и в Выводах к разделу 5 (стр.151) – даже рекордные $15-17 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$. Требуется пояснения метод получения такого рекордного результата ($15-17 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) и почему все же в итоговом Заключении по работе указывается величина $6,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$?

2) В разделе 5.1 указано, что для эффективной работы эндопротезов керамический композиционный материал должен обладать прочностью на изгиб не менее 1200 МПа, микротвердостью по Виккерсу не менее 1300 HV, трещиностойкостью не менее $7 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, а также высокой биостабильностью в условиях воздействия биологических жидкостей. Однако в таблице 5.1 указаны прочность, микротвердость испытанных композитов, которые меньше требуемых значений, а трещиностойкость $8,7 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ не подтверждена в Заключении по работе (см. вопрос 1). Тем не менее, на стр.142 утверждается, «что материалы серии 50А-50Z и 50(47А-3SrА6)-50Z удовлетворяют требованиям, регламентируемым российским стандартом ГОСТ Р ИСО 6474-2-2014, и их рекомендуется применять для изготовления суставных поверхностей эндопротезов коленных суставов». Так удовлетворяют ли фактически механические свойства разработанных композитов требованиям, предъявляемым к керамическим эндопротезам?

3) Почему для всех исследованных составов композитов, по результатам дилатометрических исследований, определения пористости, микроструктуры спекаемых образцов, был выбран метод изостатического прессования гранулированного композитного порошка и режим спекания, которые позволили достичь максимальную плотность лишь 97,8% (состав серии 100(А-3SrА6))? Возможно ли оптимизировать режимы для изготовления 100%-плотного композита с пластинчатой формой зерен гексаалюмината стронция?

Заключение

Представленная к защите диссертация Черкасовой Нины Юрьевны «Фазовый состав, структура и свойства композиционных керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония с включениями гексаалюмината стронция» 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 Н. Ю. Черкасовой полностью соответствует требованиям, предъявляемым Положением о присуждении ученых степеней (п. 9). В работе представлены новые научно обоснованные технические решения задачи по повышению трещиностойкости керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония, основанные формировании в спеченном материале пластин гексаалюмината стронция. На основании изложенного автор работы Черкасова Нина Юрьевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – «Материаловедение (в машиностроении)».

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» 22 ноября 2019 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, 30
e-mail: khasanov@tpu.ru
Тел. +7(3822)42-72-42

Посмотреть в целом 04.12.2019 
Тюрин А. В.

В отзыве замечания 05.12.2019 
Черникова М. М.