ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию «Закономерности формирования структуры и свойств керамического материала на основе природных алюмосиликатов», представленную Анисиной Ингой Николаевной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение).

Актуальность темы диссертации.

Реализация особых свойств изделий с учетом технологичности и экономичности используемых материалов одна из задач современного материаловедения. Для получения новых керамических материалов с заданными свойствами необходима тщательная оценка состояния природного сырья и перспективы синтеза новых керамических масс с использованием минеральных ресурсов. Всё большее внимание уделяется глинам в качестве основы для кремнеземистой керамики и композитных материалов. Специфические особенности глинистых минералов позволяют рассматривать их как объекты для получения керамических материалов с высокими значениями термо- и химической стойкости, а также с высокими значениями теплоизоляционных и механических свойств. В связи с вышесказанным диссертационная работа Анисиной И.Н., посвященная разработке нового композиционного керамического материала с улучшенными механическими свойствами путем оптимизации составов керамических масс и процессов их термической обработки, является актуальной и необходимой для решения практической задачи по использованию дешевого и доступного природного сырья.

Анализ содержания диссертации.

Диссертация Анисиной И.Н. состоит из введения, пяти глав, заключения и приложения. Текст диссертации изложен на 152 страницах, включая список литературы из 151 наименования, 54 рисунка и 24 таблицы.

Во введении дается краткое обоснование актуальности выбранной темы исследования, показана степень её разработанности, определены цель исследований и задачи, сформулированы научная новизна и ценность

ИФПМ СО РАН
«__» 03 НОЯ 2016 201__ г.
вх. № 11
индекс

работы, показана её практическая значимость, описаны методы исследования, сформулированы положения, выносимые на защиту, отмечены основные публикации по работе, представлена структура и объём диссертации.

В первой главе содержится обзор литературных данных по теме диссертации. Повышенное внимание в обзоре уделено физико-химическим свойствам монтмориллонита, обусловливающих многообразие поведения данного глинистого минерала в технологических процессах, и особенностям взаимодействия дисперсных глинистых систем с водой и кислыми растворами.

Во второй главе приведена постановка задачи исследования, описаны материалы и методы исследования монтмориллонит содержащей глины и керамических образцов, полученных на её основе.

В третьей главе представлены результаты определения химического, фазового и дисперсного состава нативной монтмориллонит содержащей глины. Исследована кинетика сушки фракций, прослежены мезоструктурные изменения дисперсных составов в процессе обжигов, определено влияние кислотности воды затворения ($pH2$ и $pH7$) на структуру и теплоемкость керамической массы.

В четвертой главе изложены результаты исследования структурных превращений, протекающих при высоких температурах в керамических образцах из монтмориллонит содержащей глины. Описано совместное влияние дисперсного состава частиц глины и pH воды затворения на кинетику спекания, формирование фазового состава и порового пространства, а также на механические свойства кремнеземистой керамики. По результатам исследования сделан вывод о том, что вариация размеров частиц, ионного состава воды затворения и режимов термической обработки не реализует условий получения однородной структуры материала и повышения механической прочности.

В пятой главе представлены результаты исследования теплофизических свойств армированной частицами карбида кремния керамической массы разной дисперсности, полученной в оптимальных режимах обжига. По физическим и технологическим параметрам прослежены изменения в кинетике спекания композитного керамического материала. Показано, что различия в дисперсности частиц глины приводят к изменению теплофизических свойств керамических масс и путей эволюции структуры при спекании, обусловливающих количественные изменения в фазовых составах, размерах зерен и характере распределения армирующих частиц в объеме образцов. Автором установлена взаимосвязь формирующейся мезо- и микроструктуры исследуемых керамик с механической прочностью. Представлены возможности практического применения разработанного композиционного керамического материала.

В *«Заключении»* сформулированы основные результаты, полученные при выполнении диссертационной работы.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов, сформулированных в диссертации подтверждается представительным объемом экспериментальных данных, соблюдением норм ГОСТ по испытаниям образцов, использованием современного оборудования, высокой степенью воспроизводимости и непротиворечивости результатов экспериментов.

Результаты исследований были представлены и обсуждались на многих авторитетных отечественных и международных конференциях. Основное содержание работы изложено в 21 печатной работе, их них 8 статей в научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ для публикации материалов кандидатских диссертаций.

Научная новизна работы заключается в том, что в ней впервые:

1. Исследованы процессы формирования структуры на различных стадиях спекания керамики из природной монтмориллонит содержащей глины и композитного материала на её основе.

2. Определено влияние кислотности воды затворения на кинетику спекания и процессы формирования структуры в объеме образца.

3. Изучено влияние тонкодисперсных частиц карбида кремния на процессы спекания и прочность керамики.

4. Предложены оптимальные структурные параметры и режимы спекания, обеспечивающие получение композитного керамического материала на основе монтмориллонит содержащей глины с прочностью от 40 до 50 МПа.

5. Установлено, что максимальная прочность на сжатие материала 40-50 МПа, полученных из дисперсных систем состава 60% монтмориллонит содержащей глины + 20% воды ($pH2$) + 20% SiC, обусловлена содержанием от 40 до 50% (объем.) силлиманита.

Научная значимость.

Высокая научная значимость диссертации обусловлена тем, что работа вносит вклад в развитие представлений о причинно-следственной связи структуры с функциональными свойствами композиционных керамических материалов на основе природных алюмосиликатов. Совокупность экспериментальных данных позволяет получить новые сведения о совместном влиянии дисперсного состава глинистых частиц, кислотности воды затворения и армирующих частиц карбида кремния на кинетику спекания, эволюцию структуры при спекании и повышение прочности керамического материала.

Практическая ценность результатов заключается в возможности их использования при разработке технологии получения композитных керамических материалов на основе монтмориллонит содержащей глины, рекомендованного для элементов литейной оснастки и промышленной теплоизоляции, применяемых в машиностроительных приложениях.

Замечания по диссертационной работе:

1. В диссертации говорится об использовании метода рентгеноструктурного анализа, однако, часто заключение о фазовых превращениях делается только по цветам областей материала и их

изменениям. Так, по данным на рисунке 3.6 (стр. 61), сделан вывод о полиморфных превращениях в частицах глинистых фракций после отжига. По данным из рисунка 4.4 (стр. 84), при описании градиентных структур спеченных образцов сделан вывод о том, что "поверхностные слои "кирпичного" цвета являются областями полностью прошедших фазовых превращений". По фотографиям на рисунке 4.9 (стр. 90) сделано заключение о структурах, формирующихся в образцах: "черно-красная окраска внутренних слоев свидетельствует о протекании в образцах восстановительных реакций". Несмотря на то, что автор диссертации ссылается при этом иногда на чужие работы, вопрос о корректности данного подхода по определению фазовых превращений в исследуемых образцах остается актуальным.

2. Приведенные результаты рентгеноструктурного анализа в таблице 11 (стр.88) показывают, что образцы после обжига имеют сложный фазовый состав. Представлено процентное соотношение фаз. Известно, что подобная процедура определения количественного фазового состава достаточно трудоёмкая и часто, в случае ситуации с многочисленными рефлексами и их взаимным перекрытием, невыполнима. Вместе с тем в работе отсутствуют изображения рентгенограмм и описание процедуры их обработки.

3. Все заключения о морфологии частиц глинистых фракций и о структуре делаются на основании фотографий, полученных методом оптической микроскопии, хотя зачастую малая глубина резкости и малое увеличение, свойственные этому методу, не позволяют получить приемлемую картинку для анализа. Так, при описании рисунка 3.7 (стр.62) говорится об аморфизированных участках на поверхности частиц. На рисунке 4.4 (стр.84) представлена градиентная структура. На рисунке 5.14 (стр.123) присутствует, по словам автора, однородная мезоструктура из частиц карбида кремния, расположенных по границам "ячеек". Во всех перечисленных случаях возможностей оптической микроскопии, на мой

взгляд, недостаточно, чтобы по изображениям можно было сделать однозначные выводы о формирующихся структурах. Считаю, если автор в будущих своих работах будет подкреплять свои заключения результатами, например, растровой электронной микроскопии они будут звучать более убедительно.

4. Невысокие значения прочности образцов, не содержащих частиц карбида кремния, в работе объясняются тем, что трещины при распространении в таких образцах не встречают сопротивления в виде локальных упроченных элементов структуры, изменяющих траекторию трещин. Пример такой трещины, распространяющейся в структуре образца, приведён на рисунке 4.15 (стр. 97). Вместе с тем, подобных изображений трещин нет для образцов с повышенной прочностью за счет введения частиц карбида кремния.

Сделанные замечания не могут изменить общей положительной оценки диссертации.

Автореферат диссертации полностью соответствует её содержанию.

Соответствие содержания диссертации указанной специальности.

Диссертационная работа Анисиной И.Н. по своим целям, задачам, содержанию, структуре, методам исследования и научной новизне соответствует пункту п.4 Паспорта специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение) (технические науки).

Заключение.

Диссертация И.Н. Анисиной «Закономерности формирования структуры и свойств керамического материала на основе природных алюмосиликатов» является завершенной научно-квалификационной работой, имеющей научное и прикладное значение, в которой содержится решение задачи разработки новых композиционных керамических материалов с улучшенными механическими свойствами, имеющей важное значение для развития машиностроения. По содержанию, объему выполненных исследований, новизне, научной и практической значимости результатов

работа соответствует требованиям п.II.9 «Положения о присуждении ученых степеней», а её автор, Анисина Инга Николаевна заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение).

Официальный оппонент,
доктор технических наук,
старший научный сотрудник
лаборатории физики наноструктурных
функциональных материалов
Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Институт физики прочности и
материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук Савченко Николай Леонидович

Почтовый адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4
телефоны: рабочий +7 (3822)286-9-88; мобильный 89069554541
e-mail: savnick@ispms.tsc.ru

«ЗАВЕРЯЮ» УЧЕНЫЙ
СЕКРЕТАРЬ ИФПМ СО РАН
В. С. ПЛЕШАНОВ