УТВЕРЖДАЮ:

Проректор по научной работе
ФГБОУ ВО «Оренбургский
государственный университет»
д.т.н., профессор

_____ В.И. Жаданов

«05» _____ 2016 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Оренбургский государственный университет»

Диссертация ***«Закономерности формирования структуры и свойств керамического материала на основе природных алюмосиликатов»,*** представляемая на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09. Материаловедение (машиностроение), выполнена на кафедре общей физики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» (ФГБОУ ВО «ОГУ»).

В 1999 г. соискатель ***Анисина Инга Николаевна*** (дата рождения 30.10.1977 г.) окончила Оренбургский государственный педагогический университет по специальности «Физика и математика»; обучалась в очной аспирантуре Оренбургского государственного университета (01.10.2009 г. – 30.09.2012 г.), окончив её по специальности 01.04.07 Физика конденсированного состояния. С 2009 г. и по настоящее время работает в должности старшего преподавателя кафедры общей физики Оренбургского государственного университета.

Соискатель подготовила диссертацию «Закономерности формирования структуры и свойств керамического материала на основе природных алюмосиликатов» по специальности 05.16.06 Порошковая металлургия и композиционные материалы и, будучи прикреплена к аспирантуре ФГБОУ ВО ОГУ экстерном сдала кандидатские экзамены по этой специальности. При представлении диссертации в ФГБОУ ВО «ОГУ» Ученый совет рекомендовал представить диссертацию в диссертационный совет по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение) в связи с тем, что данное направление исследований является крайне актуальным и позволяет использовать результаты при практической реализации на региональных предприятиях.

Учитывая высокий рейтинг Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН) г. Томск, работа была направлена в данный институт для экспертизы. По рекомендации диссертационного совета Д003.038.02 соискателем сданы экзамены по специальности 05.16.09 Материаловедение и дополнительный экзамен по дисциплине «Общее материаловедение», будучи прикрепленным в качестве экстерна к аспирантуре ИФПМ СО РАН.

Справка об обучении в аспирантуре выдана ИФПМ СО РАН в 2016 г.

Тема диссертации утверждена на заседании Ученого совета ФГБОУ ВО «ОГУ», протокол № 3 от 23 октября 2015 г.

Научный руководитель: профессор кафедры общей физики, доктор физико-математических наук, профессор ФГБОУ ВО «ОГУ» ***Каныгина Ольга Николаевна***.

По итогам обсуждения диссертации принято следующее заключение

Оценка выполненной соискателем работы

Диссертация Анисиной И.Н. является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно-обоснованные технические решения, позволяющие установить закономерности процессов структурообразования в кремнеземистой керамике, контролировать кинетику фазовых превращений в твердофазном каркасе и объемы порового пространства, оптимизировать технологию получения керамического материала с прочностью на сжатие 40-50 МПа, используемого для литейной оснастки и промышленной теплоизоляции в машиностроении.

Актуальность темы диссертации

Обеспечение стабильных условий для различных отраслей производства в условиях импортозамещения делает необходимым поиск новых подходов к сырьевым материалам и созданию энергосберегающих технологий для керамических материалов с заданными свойствами. В связи с этим все большее внимание уделяется глинам и системам на их основе, поскольку это минеральное сырье, обладая высоким потенциалом в отношении теплофизических и механических свойств, является доступным и имеет низкую себестоимость. Одной из главных причин, которая препятствует более широкому применению кремнеземистой керамики, является её невысокая прочность. Задача повышения прочности керамики может быть решена путем армирования керамики прочными, твердыми, тугоплавкими частицами карбида кремния. Вовлечение в технологию керамики техногенных отходов, образующихся в производствах кремния, обуславливает выбор данного армирующего компонента.

Оренбургская область располагает большим разнообразием глин, отличающихся по внешнему виду и окраске, химическому и минеральному составам, дисперсности, огнеупорности, и т.п., однако возможность их использования в производстве функциональной (технической) керамики не установлена. Создание оптимальной структуры в керамике на основе малоизвестного специфичного сырья невозможно без специального

исследования эволюции структуры при спекании в зависимости от дисперсных составов, кислотности воды затворения керамической массы (шихты) и количества армирующих добавок.

Основные результаты, полученные соискателем

В настоящей работе экспериментально установлены следующие закономерности:

1. Уменьшение средних размеров частиц в 3 раза (от 400 до 130 мкм) в керамических массах приводит к повышению коэффициентов удельной теплоемкости за счет перераспределения объемов мицеллярной и слабосвязанной воды;

2. Армирование керамической массы 20% SiC (масс.) способствует повышению коэффициентов теплопроводности и температуропроводности на 30%, как и увеличение размеров частиц монтмориллонит содержащей (МС) глины в 3 раза;

3. Частицы SiC способствуют образованию однородной структуры в образцах, замедляя теплофизические процессы, характерные для легкоплавких глин (жидкостное спекание и стеклообразование) и повышают прочность керамического материала; расширяют интервал спекания от 950 до 1000 °С;

4. Максимальная прочность на сжатие – 45-50 МПа – достигается путем обжигов керамических масс, содержащих частицы SiC, при 950 и 1000 °С (2ч) с промежуточной выдержкой при 700 °С (1ч);

5. Повышение кислотности воды затворения до *pH2* исключает образование трещин в объеме образца за счет повышения удельной теплоемкости керамической массы и уменьшения скорости фазовых превращений при спекании;

6. Снижение скорости фазовых превращений при обжигах за счет повышения кислотности воды затворения до *pH2* и введение армирующих добавок SiC (20%) с целью получения фазовых составов, содержащих от 40 до 50% силлиманита, способствует формированию структур, соответствующих максимальной прочности композиционного керамического материала (ККМ).

Научная ценность работы

Диссертационная работа соискателя вносит вклад в развитие материаловедения, что заключается в установлении закономерностей формирования структуры в композитном керамическом материале на основе природных алюмосиликатов. Совокупность экспериментальных данных позволяет расширить представления:

- о процессах формирования структуры и фазовых составов на различных стадиях спекания керамики, получаемой из природной МС глины, и ККМ на её основе;
- о влиянии кислотности воды затворения на кинетику спекания и процессы формирования структуры в объеме образца;

- об оптимальных структурных параметрах для керамических масс и режимов спекания, обеспечивающих получение ККМ с прочностью от 40 до 50 МПа;
- о роли частиц карбида кремния SiC на процессы спекания образцов ККМ.

Практическая значимость проведенных исследований

Разработаны составы керамических масс и технология получения керамического материала на основе монтмориллонит содержащей глины с добавлением техногенного карбида кремния. Полученный композиционный керамический материал рекомендован для элементов литейной оснастки и промышленной теплоизоляции, применяемых в машиностроительных приложениях. Технология производства ККМ принята к внедрению на ОАО «ПО «Стрела» НПО «Машиностроение» (г. Оренбург), что подтверждается соответствующим актом внедрения. Результаты исследования реализованы в учебном процессе ОГУ при подготовке бакалавров и магистров по направлению 03.03.02 Физика, профиль «Физика конденсированного состояния».

Степень достоверности научных результатов и выводов

Достоверность полученных результатов и выводов по работе обеспечивалась соблюдением норм ГОСТ по испытаниям образцов, сопоставлением опытных, теоретических и литературных данных, большой статистической выборкой измерений.

Личный вклад соискателя

Составление литературного обзора по теме диссертации и участие в обсуждении планов экспериментальных исследований. Отбор проб и дисперсионный анализ природной глины, изготовление образцов для исследования, расчет и экспериментальные измерения теплофизических свойств, рентгенофазовый анализ ККМ; анализ и обсуждение результатов экспериментальных исследований совместно с научным руководителем Каныгиной О.Н., оформление и подготовка их к публикации.

Основное содержание работы изложено в 21 работе, основными из которых являются:

В рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК

1. Анисина И.Н. Фазовые превращения в бентонитовой глине Оренбуржья при высоких температурах // И.Н. Анисина. – Материаловедение. – 2011. – №10, октябрь. – С. 51–55.
2. Дисперсионный анализ монтмориллонитосодержащей глины Оренбуржья / Каныгина О.Н., Кравцова О.С., Анисина И.Н., Четверикова А.Г., Сальникова Е.В., Достова Т.М., Ткаченко А.А. // Вестник Оренбургского государственного университета. – 2011. – № 12, декабрь. – С. 393–395.
3. Анисина И.Н. Аспекты активирования синтеза кремнеземистой керамики из монтмориллонит содержащей глины / Анисина И.Н., Четверикова А.Г. Каныгина О.Н. // Вестник Оренбургского государственного университета. – 2012. – №4, апрель. – С. 170–174.

4. Анисина И.Н. Влияние состава шихты не кинетику спекания монтмориллонитсодержащей глины / И.Н. Анисина, А.Г. Четверикова, О.Н. Каныгина // Материаловедение. – 2012. – №12–188, декабрь. – С.48–52.
5. Анисина И.Н. Влияние внутренних и внешних параметров на прочность кремнеземистого композиционного керамического материала / Р.Р. Давлетбаков, О.Н. Каныгина // Вестник Тамбовского университета. Сер. Естественные и технические науки. – Тамбов, 2013. – Т.18. – Вып.4. Часть 2. – С. 1675–1676.
6. Монтмориллонит содержащая глина как сырье для функциональных материалов / Каныгина О.Н., Анисина И.Н., Четверикова А.Г., Сальникова Е.В. // Вестник Оренбургского государственного университета. – 2013. – № 10, октябрь. – С. 354–356.
7. Анисина, И.Н. Хрупкое разрушение керамического материала, армированного SiC-частицами / О.Н. Каныгина, И.Н. Анисина, Р.Р. Давлетбаков // Вестник ОГУ №9 (170) 2014. – С. 108–113.
8. Анисина, И.Н. Функциональная керамика на основе монтмориллонит содержащей глины / И.Н. Анисина. Вестник ОГУ №1 (176) 2015. – С. 187–193.

В других научных изданиях

1. Анисина, И.Н. Синтез кремнеземистой керамики. Анализ физико-химических процессов в производстве керамики из монтмориллонитовой глины : монография / И.Н. Анисина, О.Н. Каныгина, А.Г. Четверикова. – LAP LAMBERT Academic Publishing (2012-12-20) – ISBN: 978-3-8454-2805-5.
2. Анисина, И.Н. Влияние теплового воздействия на скорость фазовых превращений в бентонитовой глине Оренбуржья / И.Н. Анисина, О.Н. Каныгина, А.Г. Четверикова // Прочность и разрушение материалов и конструкций : материалы VI Международ. науч. конф., 20-22 октября 2010 г. - Оренбург, 2010. – С. 423–428. ISBN 978-5-7410-1079-2.
3. Анисина И.Н. Разработка перспективной керамики из монтмориллонитосодержащей глины путем вариации дисперсного состава / И.Н. Анисина, О.Н. Каныгина // Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений : VI Всерос. молодежная науч. конф., 26 сентября-1 октября 2011 г. : сб. конкурсных докл. – Тольятти, 2011. – С. 3–7. ISBN 978-5-8259-0615-7.
4. Анисина И.Н. Теплофизические свойства шихты из монтмориллонитосодержащей глины Оренбуржья / И.Н. Анисина, А.Г. Четверикова, О.Н. Каныгина // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов: материалы Международ. науч. конф., 24-25 ноября г. Орск. : сб. докладов Международной научной конференции. в 2т. Т.2. – М.: Машиностроение 2012. – С.181–192. ISBN 978-5-94275-633-8.
5. Анисина, И.Н. Процесс формирования иерархически соподчиненных структур в керамической массе на основе монтмориллонит содержащей глины / И.Н. Анисина, О.Н. Каныгина // Иерархически

организованные системы живой и неживой природы: материалы Международ. конф., 9-13 сентября 2013 г. – Томск, 2013. Электронное издание. – С.139–142.

2. Анисина, И.Н. Особенности формирования фазовых составов в композитных керамических материалах на основе монтмориллонит содержащей глины / И.Н. Анисина, О.Н. Каныгина // Университетский комплекс как региональный центр образования, науки и культуры. материалы Всероссийской научно-методической конференции (с международным участием); Оренбургский гос. ун-т. - Оренбург: ООО ИПК «Университет», 2014. – С. 1364-1371.

3. Анисина, И.Н. Кинетика хрупкого разрушения кремнеземистого композиционного керамического материала / И.Н. Анисина // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов / сборник докладов III международной конференции. – Оренбург (3-5 февраля 2014 г.): ООО ИПК «Университет» – С. 239–242.

4. Теплофизические свойства кремнеземистой керамики / О.Н. Каныгина, А.Г. Четверикова, А.А. Огерчук, И.Н. Анисина, А.Ж. Муканова // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов / сборник докладов III международной конференции. – Оренбург (3-5 февраля 2014 г.): ООО ИПК «Университет» – С. 321–325.

Апробация работы

Результаты, представленные в диссертации, лично докладывались на научных конференциях различного уровня, в том числе на VIII Всероссийской научно-практической конференции с международным участием «Современные информационные технологии в науке, образовании и практике» (Оренбург, 2009 г.), Всероссийской научно-практической конференции «Интеграция науки и практики в профессиональном развитии педагога» (Оренбург, 2010 г.), VII Всероссийской научной конференции «Керамика и композиционные материалы» (Сыктывкар, 2010 г.), VI Международной научной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций» (Оренбург, 2010 г.), VI Всероссийской молодежной научной конференции «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (Тольятти, 2011 г.), II Международной научной конференции «Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов» (Орск, 2011, 2014 г.), V и VI Всероссийских научно-практических конференциях «Проблемы экологии Южного Урала» (Оренбург, 2012, 2013, 2015 г.), Всероссийской научно-методической конференции (с международным участием) «Университетский комплекс как региональный центр образования, науки и культуры» (Оренбург, 2013, 2014, 2016 г.), VII Международной конференции «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (Тамбов, 2013 г.), Международной

конференции «Иерархически организованные системы живой и неживой природы» (Томск, 2013 г.).

Научная специальность диссертации

Анализ диссертационной работы Анисиной И.Н. *«Закономерности формирования структуры и свойств керамического материала на основе природных алюмосиликатов»* показал, что по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне результатов работа соответствует специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение), п. 4 и требованиям Положения о присуждении учёных степеней (п.II.9).

Диссертация рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение).

Заключение принято на совместном заседании научного семинара кафедры общей физики и кафедры материаловедения и технологии материалов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет».

Присутствовало на заседании 22 человека. В том числе 7 докторов и 10 кандидатов наук. Результаты голосования: «за» – 22, «против» – нет, «воздержались» – нет, протокол № 7 от 24 февраля 2016 г.

Председатель семинара:
зав. кафедрой общей физики
к.ф.-м.н, доцент _____ Анна Геннадьевна Четверикова

Зав. кафедрой материаловедения
и технологии материалов
к.т.н, доцент _____ Владимир Иванович Юршев