

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 003.038.02,  
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТА ФИЗИКИ  
ПРОЧНОСТИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЁНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 19.06.2020 г. № 148

О присуждении Клевцовой Екатерине Владимировне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Структура и свойства порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$ , полученных химическим осаждением с ультразвуковым воздействием, и керамик на их основе» по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение) принята к защите 14.02.2020 г., протокол № 141, диссертационным советом Д 003.038.02 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), 634055, г. Томск, пр-т Академический, д. 2/4; приказ Рособнадзора о создании диссертационного совета № 1-32 от 18.01.2008 г.; приказ о продлении работы № 2059-2733 от 26.10.2009 г.; приказ о переименовании диссертационных советов № 105/нк от 11.04.2012 г.; приказ о внесении изменений в составы советов № 327/нк от 17.04.2019 г.

Соискатель *Клевцова Екатерина Владимировна*, 1986 года рождения, в 2009 г. окончила физико-технический факультет Государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Томский государственный университет», в настоящее время Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет» (ФГАОУ ВО НИ ТГУ). Обучалась в очной аспирантуре ФГАОУ ВО НИ ТГУ, сдала кандидатские экзамены по специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение). С 2010 г. по 2013 г. работала в лаборатории физики наноструктурных керамических материалов ИФПМ СО РАН. С 2018 г. и по настоящее время работает на участке материаловедческих исследований



производства плотного топлива опытно-демонстрационного энергокомплекса АО «Сибирский химический комбинат».

Диссертация выполнена в ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский государственный университет» (НИ ТГУ).

Научный руководитель - доктор физико-математических наук, профессор **Кульков Сергей Николаевич** - заведующий кафедрой прочности и проектирования НИ ТГУ (по совместительству), заведующей лабораторией физики наноструктурных функциональных материалов ИФПМ СО РАН.

Официальные оппоненты: **Клопотов Анатолий Анатольевич** – доктор физико-математических наук, профессор кафедры прикладной механики и материаловедения ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет» (г. Томск); **Карагедов Гарегин Раймондович** - кандидат химических наук, старший научный сотрудник ФГБУН Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН (г. Новосибирск), дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация **ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет»**, в своем положительном заключении, утвержденным **А.Г. Вострецовым** – проректором по научной работе, доктором технических наук, подчеркнула высокий уровень исследований, актуальность темы диссертации, научную новизну, степень достоверности, теоретическую и практическую значимость полученных результатов, проанализировала структуру и содержание работы; подтвердила соответствие содержания диссертации специальности 05.16.09 Материаловедение (машиностроение) и содержания автореферата содержанию диссертации; сделала замечания, которые не затрагивают основные квалификационные результаты работы; указала, что диссертация соответствует требованиям п. II. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» и является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований решена проблема, имеющая важное хозяйственное значение.

Соискатель имеет 9 опубликованных работ, из них 2 статьи в журналах, из перечня рецензируемых изданий рекомендованных ВАК РФ, 2 статьи в изданиях, индексируемых в реферативной базе Web of Science, 5 публикаций в материалах научных конференций различного уровня, а так же один патент РФ на изобретение.



Основное содержание опубликованных работ посвящено вопросам изучения структуры, свойств и фазового состава порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$ , полученных методом обратного осаждения с использованием ультразвуковой обработки на стадии введения раствора солей металлов в раствор-осадитель, и свойств получаемой из них керамики. Полный объем научных публикаций составляет более 40 машинописных листов, авторский вклад в различных публикациях – от 50 до 100 %. Наиболее значимые работы: 1) Кульков, С.Н. Структура и свойства нанокристаллических порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$  / С.Н. Кульков, Е.В. Клевцова // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – №11/3. – С. 257–261; 2) Кульков, С. Н. Структура и свойства  $ZrO_2-Y_2O_3$  и их изменение после низкотемпературных отжигов / С.Н. Кульков, Е.В. Клевцова // Перспективные материалы. – 2012. – №2. – С. 51–54; 3) Kulkov, S.N. Zirconia – based nanopowders synthesized by the chemical precipitation method / S.N. Kulkov, E.V. Klevtsova, E.S. Dedova // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP Publishing, Bristol. – 2013; 4) Klevtsova, E.V. Properties of the zirconia nanopowders synthesized by the chemical precipitation method after long-time keeping / Ekaterina V. Klevtsova, Sergey N. Kulkov// AIP Conference Proceedings 2051, 020124-1 – 020124-4, (2018).

На автореферат диссертации поступило 7 положительных отзывов, из них отзыв без замечаний, в котором отражена актуальность, научная новизна и практическая значимость диссертации от доктора г.-м. наук *Котовой Ольги Борисовны*, руководителя лаборатории технологии минерального сырья Института геологии ФИЦ Коми НЦ УрО РАН (г. Сыктывкар).

Положительные отзывы с замечаниями от: доктора физ.-мат. наук, профессора *Громова Виктора Евгеньевича*, зав. кафедрой естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля ФГБОУ «СибГИУ» и кандидата техн. наук *Невского Сергея Андреевича*, доцента кафедры естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля ФГБОУ «СибГИУ»: на рисунках 1-7 не приведены значения коэффициента корреляции; доктора физ.-мат. наук, профессора *Лейцина Владимира Нояховича*, зав. лабораторией фундаментального и прикладного материаловедения ФГАОУ ВО «Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта»: замечание об отсутствии исследований влияния механической обработки порошка на их характеристики; доктора техн. наук, профессора *Муравьева Виталия Васильевича*,



заведующего кафедрой «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики» ФГБОУ ВО «Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова»: замечание об отсутствии данных о величине ультразвукового давления; доктора физ.-мат. наук, профессора *Наймарка Олега Борисовича*, заведующего лабораторией Физических основ прочности Института механики сплошных сред УрО РАН: замечание о целесообразности обработки данных, учитывающих зависимость среднего размера зерна от пористости в керамиках  $ZrO_2-Y_2O_3$ ; кандидата техн. наук, *Теплоухова Андрея Анатольевича*, заведующего базовой кафедрой «Химическая технология углеродных материалов» ФГБОУ ВО ОмГТУ и *Семенюк Натальи Андреевны*, старшего преподавателя кафедры «Физика» ФГБОУ ВО ОмГТУ: замечания 1) о сроке старения, 2) о границах применения исследуемой системы  $ZrO_2-Y_2O_3$ ; доктора техн. наук *Николенко Сергея Владимировича*, ВРИО директора Института материаловедения ХИЦ ДВО РАН: замечания 1) об отсутствии примера позитивного влияния УЗО на свойства керамики, 2) о механизме уменьшения диаметра кристаллов, 3) об отсутствии легенды к рисунку, 4) о попытке описать одной закономерностью прочность керамики с УЗО и без УЗО, 5) о достоверности и надежности использованной методики экстраполяции свойств керамики на беспористое состояние, 6) об отсутствии описания метода анализа среднего размера частиц.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью в сфере исследований, которым посвящена диссертация, и публикациями по данной тематике.

*Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований: разработан* метод обратного осаждения с ультразвуковым воздействием на стадии введения раствора солей металлов в раствор-осадитель, позволяющий получать порошки твёрдых растворов  $ZrO_2-Y_2O_3$  с качественно новыми свойствами; *предложены* технологические решения, позволяющие получать порошки твёрдых растворов  $ZrO_2-Y_2O_3$ ; *доказано*, что ультразвуковая обработка (УЗО) при получении порошков  $ZrO_2-3$  мол.%  $Y_2O_3$  методом обратного осаждения и последующий изотермический отжиг обеспечивают уменьшение размеров агломератов и увеличение удельной поверхности порошков, степень тетрагональности  $ZrO_2$  увеличивается с



превышением размера кристаллитов более 10-12 нм, при меньших размерах кристаллитов сохраняется тетрагональная структура  $ZrO_2$ , вследствие вторичного перераспределения иттрия, новые понятия и термины не *вводились*.

*Теоретическая значимость* исследования обоснована тем, что: *доказаны* положения, вносящие вклад в развитие материаловедения керамических материалов, заключающиеся в выявлении влияния ультразвуковой обработки, применяемой на стадии введения раствора солей металлов в раствор-осадитель при обратном осаждении, на структуру и свойства порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$ , оптимальные режимы спекания плотных керамических материалов из этих порошков; *применительно к проблематике диссертации эффективно использован* комплекс современного научного оборудования, объединяющий методы рентгеноструктурного анализа, растровой электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, низкотемпературной адсорбции азота, дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрического анализа, экспериментальной механики разрушения, *изложены* методы синтеза порошков с применением ультразвукового воздействия, *раскрыто* влияние температуры отжига порошков  $ZrO_2-3$  мол.%  $Y_2O_3$  и размеров кристаллитов на степень тетрагональности  $ZrO_2$ ; *изучены*: морфология, свойства и структурно-фазовое состояние порошков  $ZrO_2-3$  мол.%  $Y_2O_3$ , полученных методом обратного осаждения с применением ультразвуковой обработки на стадии введения раствора солей металлов в раствор-осадитель, до и после длительного хранения, в зависимости от температуры отжига; фазовые переходы в исследуемой системе и процесс роста зёрен  $ZrO_2$  при отжигах в широком температурном интервале (473–1373 К); структура, фазовый состав и механические свойства керамических материалов, полученных из синтезированных порошков; *проведена модернизация* метода обратного химического осаждения, заключающаяся в ультразвуковой обработке раствора солей металлов вводимого в раствор-осадитель.

*Значение полученных соискателем результатов исследований для практики подтверждается тем, что:* разработан новый способ получения нанокристаллических порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$ ; *определены* параметры (концентрация и химический состав исходных реагентов, продолжительность реакции, pH раствора, скорость введения раствора солей металлов в раствор-осадитель, частота колебаний ультразвуковых волн, необходимость введения ПАВ) метода обратного осаждения с



применением ультразвуковой обработки прекурсоров для получения нанокристаллических порошков частично стабилизированного диоксида циркония, находящегося в высокотемпературной тетрагональной модификации; *создана* методика и технологическая схема получения порошков, *представлен* комплекс экспериментальных данных о фазовом составе, размерах частиц синтезированных запатентованным способом порошков  $ZrO_2-Y_2O_3$ , а также данные о структуре, фазовом составе и механических свойствах керамик на их основе.

*Оценка достоверности результатов исследования выявила*, что: результаты *получены* с использованием современных и стандартизованных методов исследования и сертифицированных приборов; *идея работы базируется* на анализе оригинальных экспериментальных результатов и обобщении литературных источников по теме диссертации; *использовано* сравнение полученных данных с данными других авторов, выполняющих исследования в рамках рассматриваемой тематики; *установлено* качественное совпадение полученных результатов с результатами исследований, представленными в независимых источниках по данной тематике, в тех случаях, когда сравнение является обоснованным; *использованы* современные методики сбора и обработки экспериментальных данных.

*Личный вклад соискателя состоит в:* совместной с научным руководителем постановке задач исследования, непосредственном участии в планировании и проведении экспериментов; получении порошкового материала методами обратного химического осаждения и обратного химического осаждения с ультразвуковой обработкой на стадии введения раствора солей металлов в раствор-осадитель; получении керамического материала прессованием и последующим спеканием; проведении структурных и фазовых исследований; проведении механических испытаний; сопоставлении полученных результатов с литературными данными; формулировании основных научных положений и выводов, а также написании диссертационной работы и научных статей.

На заседании 19 июня 2020 г. (протокол № 148) диссертационный совет принял решение присудить *Клевцовой Екатерине Владимировне* ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 6 докторов наук по научной специальности рассматриваемой

диссертации, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета (дополнительно в состав совета члены не вводились), проголосовали: за 15, против 0, недействительных бюллетеней 1.

Заместитель председателя  
диссертационного совета  
доктор физ.-мат. наук, профессор

В.И. Данилов

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
доктор техн. наук, профессор



С.П. Бужкова

19.06.2020 г.