

ОТЗЫВ

официального оппонента Порозовой Светланы Евгеньевны
на диссертацию Камышной Ксении Сергеевны
«Пористый проницаемый керамический материал на основе ZrO_2 и Al_2O_3 »
на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности
05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических
материалов

Актуальность темы диссертационной работы

Одним из важных условий развития экономики любой страны является совершенствование технологий получения известных и разработка технологий получения новых продуктов, в том числе новых материалов. К наиболее востребованным функциональным материалам относятся пористые материалы, которые находят применение в качестве теплозащитных элементов, фильтров различного предназначения, носителей катализаторов. Значительное количество зарубежных и отечественных исследований посвящено разработке новых методов получения пористых материалов с регулируемой открытой или закрытой пористостью. Общим у этих методов является введение на различных стадиях технологической схемы порообразователя. Весьма перспективным является метод кристаллизации порообразователя в объеме суспензии неорганического порошка, образующего при обжиге керамический каркас. К сожалению, этот метод недостаточно разработан. Сложная форма кристаллов большинства порообразователей, высокая влажность сырца при применении водных суспензий, необходимость введения упрочняющих каркас добавок требуют проведения новых исследований, являющихся весьма актуальными.

Цель работы Камышной К.С. – разработка состава и технологии получения пористой прочной оксидной керамики с тонкими проницаемыми порами на основе оксидов системы ZrO_2 и Al_2O_3 .

Общая характеристика работы

Диссертационная работа, объёмом 165 страниц машинописного текста, состоит из пяти глав, введения, заключения, содержит 105 рисунков и 36 таблиц. Список цитируемой литературы содержит 117 отечественных и зарубежных источников, в том числе имеются ссылки на собственные работы автора (106, 111, 112, 114 – 117).

По теме исследования опубликовано 22 работы, в том числе 3 статьи в рецензируемых журналах из списка ВАК, две из которых индексированы в базах Scopus и WoS.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Анализ содержания диссертации

Во введении обоснована актуальность исследований, сформулирована цель работы, задачи для её достижения и научная новизна, представлены положения, выносимые на защиту, теоретическая и практическая значимость работы.

В первой главе диссертации на основе анализа литературных источников рассмотрены методы получения пористых керамических материалов, подробно рассмотрены особенности применения органических компонентов для формирования структуры керамики со сквозной пористостью.

Вторая глава диссертации содержит характеристики исходных керамических порошков и порообразующих добавок, в качестве которых использовали натуральные и синтетические волокна, камфору и карбамид. В главе описаны также общая методология и использованные методы исследования.

Третья глава диссертации посвящена изучению особенностей формирования пористой структуры керамики при применении волокнистых порообразователей. Показано, что операция импрегнирования волокнистого порообразователя частицами нанодисперсных оксидов циркония и алюминия изменяет структуру пор и упрочняет керамику. В этой же главе рассмотрено формирование пористой структуры керамики путем кристаллизации органического порообразователя в суспензии, где в качестве дисперсионной среды применялись насыщенные растворы камфоры или карбамида, а дисперсной фазы – микронные и наноразмерные порошки смеси оксидов циркония и алюминия. В результате проведенных исследований установлено, что прочность каркаса пористой керамики зависит от вида порообразователя и количества нанопорошка в смеси, в частности, для получения фильтрационной керамики предпочтительна добавка карбамида, кристаллизующаяся в суспензии в виде вытянутых игл.

В четвертой главе диссертации развивается тема разработки технологии получения пористой проницаемой керамики с применением органического выгорающего порообразователя – карбамида. Особенностью этих исследований является выяснение влияния различных факторов, таких как размер частиц оксидного компонента, температура и содержание твердой фазы в суспензии, вакуумирование, режимы и скорость охлаждения суспензии на возможность получения керамики с однонаправленными порами. Предложены и опробованы различные конструкции форм для

кристаллизации порообразователя в суспензии. Установлено, что лучший результат дает применение формы с различной теплопроводностью дна и вертикальных стенок, что позволяет обеспечить во время охлаждения необходимый для однонаправленного роста кристаллов карбамида градиент температуры. В качестве альтернативного метода получения пористой керамики предложен метод с применением безводного гранулята из оксидных шихт с кристаллами карбамида на парафиновой связке. Такая керамика с хаотичным расположением пор имеет высокую пористость и достаточную прочность для применения в качестве фильтров.

В пятой главе диссертации приведены технологические схемы получения пористой керамики.

В выводах и заключении обобщены результаты, полученные в работе.

Научная новизна работы заключается

- в установлении основных режимов процесса получения пористой структуры алюмоциркониевой керамики с параллельным расположением пор, обладающей высокой пористостью;
- в применении кристаллов карбамида игольчатой формы для формирования узких однонаправленных пор;
- в определении механизма упрочнения стенок канальных пор при параллельно-трубчатом строении пористой структуры керамики с добавками нанодисперсных порошков.

Теоретическая и практическая значимость работы

Теоретическая значимость работы заключается в получении новых данных о формировании пористой структуры пористой алюмоциркониевой керамики при кристаллизации порообразователя в оксидной суспензии и укреплении порового пространства нанодисперсным оксидным компонентом.

Практическая значимость состоит в разработке составов и технологических схем получения пористой керамики с однонаправленной и хаотичной пористостью. Керамические материалы подобного типа могут быть использованы в качестве фильтров и носителей катализаторов.

Степень достоверности результатов работы:

Результаты работы подтверждаются использованием физико-химических методов исследования с применением современного аттестованного оборудования и апробированных методик измерений.

Научные положения и выводы диссертационной работы соответствуют её содержанию. Публикации автора в научных журналах соответствуют содержанию диссертации и отражают научные и практические результаты работы.

Замечания по диссертационной работе:

1. На странице 25 приведена характеристика «метода реплики полимерной губки» (другие названия: метод дублирования полимерной матрицы, метод Шварцвальдера). Диссертант недостаточно внимательно отнеслась к литературным источникам по этому методу, вследствие чего неверно охарактеризовала его достоинства и недостатки. В частности, именно этот метод позволяет получить уникальное сочетание прочности и очень высокой проницаемости. А керамические фильтры для агрессивных сред и расплавленных металлов, полученные этим методом, широко используются во всем мире.

Значительный вклад в получение и исследование этих материалов внесли школы В.Н. Анциферова (РФ) и О.В. Романа (Белоруссия). Свойства, определяемые непосредственно структурой матрицы, для металлов и керамики не отличаются. Характеристика таких материалов дана, в частности, в классическом справочнике Белова С.В. Пористые проницаемые материалы. М: Металлургия, 1987.

2. Почему значения кажущейся плотности, открытой пористости и водопоглощения везде приведены с точностью до третьего десятичного знака? В ГОСТе 2409-2014 «Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения» (введен в действие приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 ноября 2014 г. N 1676-ст) указано, что значения кажущейся плотности округляют до второго десятичного знака, пористости и водопоглощения – до первого десятичного знака. «Лишние» цифры только затрудняют понимание текста.

3. Как определяли общую пористость, если неизвестна истинная плотность материала?

4. Почему отсутствуют доверительные интервалы? Как известно, близкие значения, а таких в тексте немало, реально можно отличить только по тому, перекрываются доверительные интервалы или нет.

5. Вызывает удивление термин «проницаемая пористость». Чем она, по мнению автора, отличается от коэффициента проницаемости, вычисляемого по уравнению Дарси? И почему возникла необходимость ее определения?

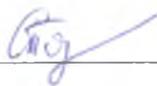
Судя по методике определения (стр. 45-46), речь идет о действии капиллярных сил. Формула Борелли–Жюрена не предполагает, что капилляры расположены под углом к поверхности, при этом изменяются условия смачивания, а подъем жидкости в капилляре прямо пропорционален косинусу угла смачивания.

Заключение:

Тема диссертации соответствует заявленной научной специальности. Рассмотрение работы позволяет сделать вывод, что поставленная цель (разработка состава и технологии получения пористой прочной оксидной керамики с тонкими проницаемыми порами) автором достигнута. Диссертационная работа Камышной Ксении Сергеевны «Пористый проницаемый керамический материал на основе ZrO_2 и Al_2O_3 » является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему, и соответствует п.8-12 Порядка присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете, утвержденного приказом ректора ТПУ 93/од от 06.12.2018 (dis.tpu.ru), а ее автор заслуживает присвоения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Официальный оппонент:

профессор кафедры механики композиционных материалов и конструкций аэрокосмического факультета ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ), д-р техн. наук, доцент



Порозова
Светлана Евгеньевна

Почтовый адрес: 614990, Россия, г. Пермь, Комсомольский пр., д. 29,
эл.адрес: sw.porozova@vandex.ru; keramik@pm.pstu.ac.ru

Подпись С.Е. Порозовой заверяю:
Ученый секретарь ПНИПУ



(Макаревич В.И.)

27 января 2020 г.