

ОТЗЫВ

официального оппонента д. т. н. Дудиной Дины Владимировны
на диссертацию Илелы Алфа Эдисона
«Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и
циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки
растворов и суспензий», представленной на соискание учёной степени
кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология
силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Диссертация Илелы А. Э. посвящена разработке технологий получения порошков Al_2O_3 , ZrO_2 и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ с применением метода распылительной сушки. Исследования формирования наноструктурных порошков с контролируемыми степенями агрегации и агломерации являются **актуальными** для российской и зарубежной керамической индустрии, поскольку поведение порошковых материалов при спекании в значительной мере зависит от данных параметров. В более широком контексте исследования влияния условий получения на морфологию и структуру частиц порошков важны для успешного развития современного материаловедения порошковых материалов. Актуальность работы подтверждается поддержкой исследований грантом РНФ № 17-13-01233 и договором на НИОКР №17.10-323/2019.

Целью работы являлась разработка технологий синтеза наноструктурных порошков Al_2O_3 , ZrO_2 и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ с использованием метода распылительной сушки растворов солей и суспензий. В работе показано, что распылительная сушка с последующим отжигом позволяет получать наноструктурные порошки оксидов с контролируемой морфологией частиц. Автор использует рабочую гипотезу, заключающуюся в том, что в частицах, получаемых таким способом, кристаллиты прочно связаны между собой при слабой агломерации самих сферических частиц. Выявлено влияние природы растворителя, стабилизатора и аниона соли на морфологию и фазовый состав порошков, синтезируемых из прекурсоров, полученных методом распыления сушки. Установлено, что способ извлечения порошков

из растворов и суспензий влияет на морфологию получаемого продукта. Показано, что распылительная сушка обеспечивает образование сферических частиц из соединенных между собой кристаллитов. Порошок, выделяемый фильтрацией представляет собой агрегаты неправильной формы. Метод распылительной сушки позволяет получать частицы меньшего размера по сравнению с фильтрацией. Проведено исследование кинетики спекания синтезированных порошков. Спекание осуществлялось как традиционным методом, так и современным методом спекания при помощи импульсного электрического тока (искровым плазменным спеканием); проведены исследования механических свойств полученной керамики. Рассмотрена возможность применения синтезированных порошков оксида алюминия в качестве армирующей добавки к полимерным гелям, перспективным для очистки поверхностей стекол.

Научная новизна работы заключается 1) в определении влияния параметров процесса распылительной сушки на морфологию получаемых частиц оксидов, 2) в установлении различий между морфологическими характеристиками Al_2O_3 и ZrO_2 , полученных с использованием распылительной сушки и фильтрации, 3) в установлении различий между поведением данных порошков при спекании, 4) в определении влияния состава суспензии, содержащей гидроксиды алюминия и циркония, на морфологию получаемых композиционных частиц $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$.

Практическая значимость работы заключается в разработке составов прекурсоров и условий получения методом распылительной сушки порошков Al_2O_3 и ZrO_2 с частицами размером 0,8 - 3,5 мкм и кристаллитами размером порядка 100 нм. Синтезированные порошки Al_2O_3 использованы в качестве армирующей добавки к полимерным гелям, перспективным для очистки оптических стекол. Добавка порошков ZrO_2 , полученных в работе, к коммерческим порошкам $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ микронных размеров позволяет снизить температуру спекания керамики. Показано, что свободным спеканием прессовок синтезированных композиционных порошков $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ и

искровым плазменным спеканием данных материалов возможно получить керамику с малой остаточной пористостью.

Достоверность полученных автором результатов обеспечена применением комплекса современных методов исследования материалов на аттестованном оборудовании, а также стандартных методик обработки экспериментальных данных.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 5 глав, основных выводов по работе, заключения и списка использованной литературы из 169 источников. Работа изложена на 163 листах машинописного текста, содержит 37 таблиц, 70 рисунков и 3 приложения.

Во введении к диссертации обоснована актуальность исследований, сформулированы цель и задачи исследований, представлены научная новизна работы и её практическая значимость, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертации представлен литературный обзор, в котором автор анализирует современное состояние и перспективы развития технологии производства нанопорошков оксидов Al_2O_3 , ZrO_2 и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$.

Во второй главе представлены характеристики исходных материалов, а также методология и методы исследования.

В третьей главе приведено описание процессов получения частиц Al_2O_3 с использованием распылительной сушки растворов, представлены результаты морфологических исследований. Обсуждается влияние способа извлечения материала из растворов и суспензий на свойства получаемого порошка. Рассмотрена возможность применения наночастиц Al_2O_3 в качестве добавки к органогелю для очистки стекол.

В четвертой главе приведено описание процессов получения частиц ZrO_2 с использованием распылительной сушки растворов, представлены результаты морфологических исследований получаемых продуктов. Представлены результаты исследования свойств керамических материалов,

полученных из порошков ZrO_2 , синтезированных в работе и коммерчески доступных порошков данного материала.

В пятой главе изложены результаты исследования образования композиционных керамических частиц $Al_2O_3-ZrO_2$ с использованием распылительной сушки суспензий. Приведены результаты исследований спекания полученных порошков.

Работа производит хорошее впечатление по объему полученных экспериментальных данных и их тщательному анализу. Следует отметить высокое качество иллюстраций, как в диссертации, так и в автореферате.

Результаты диссертационного исследования **опубликованы в 26 работах, в том числе в 6 научных статьях** в журналах из списка ВАК/индексированных в Scopus. Работа прошла апробацию на международных конференциях.

Автореферат диссертации полностью соответствует ее содержанию.

При прочтении диссертации и автореферата возникли следующие вопросы и замечания:

1. В тексте диссертации и автореферата используются термины «агрегация» и «агломерация». В некоторых случаях у читателя возникает ощущение о подмене одного термина другим. Так, при проведении анализа степени разработанности темы автор говорит о задаче «предотвращения агрегации и образования жёстких агломератов наночастиц». Не совсем ясно, что означает «жестких» в данном случае. В представленной работе автор находит способ контролировать агломерацию частиц, которые являются агрегатами наночастиц.
2. Вызывает вопросы формулировка пункта 2 раздела «Научная новизна». Автор утверждает, что в продуктах распылительной сушки «кристаллиты связаны между собой значительно прочнее, чем в порошках, выделенных из жидких сред того же состава методом фильтрации, так как соответствующие энергии активации

спекания порошков E_a отличаются больше, чем на 100 кДж/моль». Как количественно соотнести прочность связи между частицами и величину энергии активации спекания?

3. В пункте 4 раздела «Научная новизна» присутствует фраза «после более интенсивного искрового плазменного спекания». Что значит «интенсивного» в понимании автора? «Интенсивного» по какому параметру?
4. Приводимые значения размеров областей когерентного рассеяния следовало бы округлить до единиц нанометров.
5. Термин «обжиг» следовало бы заменить термином «отжиг» в случае порошковых продуктов, так как первый термин используется обычно для объемной керамики.
6. Некоторые таблицы в диссертации неоправданно размещены на двух страницах (хотя могли бы быть размещены на одной), что несколько затрудняет прочтение. В некоторых случаях название таблицы и сама таблица располагаются на разных страницах.
7. В Автореферате не обсуждаются перспективы дальнейшей разработки темы работы.

Высказанные замечания не влияют на общую положительную оценку работы.

Заключение

Диссертационная работа Илелы Алфа Эдисона «Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий» является законченной научной квалификационной работой, выполненной на актуальную тему и на высоком научном уровне. В диссертационной работе на основании выполненных автором исследований разработана технология получения наноструктурных порошков Al_2O_3 , ZrO_2 и $Al_2O_3-ZrO_2$ с контролируемой морфологией с использованием распылительной сушки растворов солей и суспензий; показана возможность практического

применения полученных порошков как дисперсных добавок, а также для получения керамических материалов посредством традиционного и искрового плазменного спекания.

Диссертация соответствует п. 8-12 Порядка присуждения ученых степеней в Национальной исследовательском Томском политехническом университете, утвержденного приказом ректора ТПУ 93/од от 06.12.2018 (dis.tpu.ru), а ее автор Илела Алфа Эдисон заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Официальный оппонент

Дудина Дина Владимировна

2 //

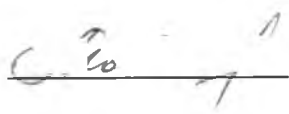
доктор технических наук
(05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)),
заведующий лабораторией синтеза композиционных материалов
ФГБУН Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева
Сибирского отделения Российской академии наук (ИГиЛ СО РАН)
Адрес: Новосибирск, пр-т Лаврентьева 15, 630090
Тел. (383) 333-0003, факс (383) 333-16-12
E-mail: ddudina@hydro.nsc.ru

Подпись Д. В. Дудиной

Заверяю

Ученый секретарь ИГиЛ СО РАН
к. ф.-м. н

Любашевская Ирина Васильевна

Подпись 

  10 2020 г.