



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования «Национальный исследовательский томский
политехнический университет»

Диссертация «Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий» выполнена на кафедре наноматериалов и нанотехнологий Томского политехнического университета (упразднена в н.вр.), в отделении материаловедения (ОМ) и на базе Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» (НОИЦ НМНТ) Инженерной школы новых производственных технологий (ИШНПТ) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

В период подготовки диссертации соискатель Илела Алфа Эдисон обучался в очной аспирантуре по специальности 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» и в настоящий момент работает в должности ассистента в отделении материаловедения инженерной школы новых производственных технологий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

В 2013 г. Илела Алфа Эдисон окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по направлению подготовки 150100 «Материаловедение и технологии материалов» с присвоением квалификации «Магистр».

Справка об окончании аспирантуры по направлению «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» выдана в 2018 г. федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Научный руководитель – Хасанов Олег Леонидович, доктор технических наук, профессор отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Обсуждение проходило на научном семинаре отделения материаловедения и научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» 24 апреля 2019 г.

На семинаре присутствовали:

1. Погребенков В.М. - д.т.н., профессор, НОЦ Н.М. Кижнера
2. Хасанов О.Л. – д.т.н., профессор ОМ, директор НОИЦ НМНТ
3. Двилис Э.С. - д.ф.-м.н., с.н.с. НОИЦ НМНТ
4. Лямина Г.В. - к.х.н., доцент ОМ
5. Годымчук А.Ю. – к.т.н., доцент ОМ
6. Воронова Г.А. - к.х.н., доцент ОМ

7. Полисадова В.В. - к.т.н., ведущий инженер НОИЦ НМНТ
8. Бикбаева С.Г. - к.т.н., ведущий инженер НОИЦ НМНТ
9. Леонов А.А. – инженер ОМ
10. Пайгин В.В. – инженер ОМ
11. Толкачев О.С. – инженер ОМ
12. Зайцева М.С. – Ученый секретарь совета ИШНПТ
13. Божко И.А. – к.ф.-м.н., доцент ОМ
14. Панина А.А. – к.ф.-м.н., доцент ОМ

Были заданы следующие вопросы:

1. Почему на графиках по производительности установки Nano Spray Dryer B-90 приведены по одной кривой для температуры и скорости потока?
2. Что Вы понимаете под термином «компакт»?
3. Каковы концентрации алюминия и циркония в суспензиях? Как определяли эту величину?
4. Почему такая разница в КЛТР для исследуемых и коммерческих образцов? Почему не указана погрешность КЛТР?
5. Как изменялась энергия активации при спекании образцов разных составов. Уравнения по скорости спекания являются менее информативными.
6. Каков состав порошков, полученных на установке до отжига? Устанавливали ли их фазовый состав?
7. Какова воспроизводимость фазового состава порошков? Насколько сильно меняется фазовый состав при получении керамики? Есть ли сопоставления и объяснения отличий?
8. Почему не приведена эволюция фазового состава порошков в процессе синтеза? Непонятно, в каком виде порошки получают после сушки из растворов и суспензий.
9. Какова зависимость между размером сопла и размером порошка после выделения нанораспылительной сушкой? Как меняется это значение в процессе отжига?
10. Почему нет сравнения морфологии спеченных образцов отдельно для оксидов алюминия и циркония, а приведены данные только для композиционной керамики?
11. Почему Вы называете свои образцы нанопорошками, сферические частицы, полученные в работе, имеют микронные размеры?
12. Имеют ли результаты работы по оксиду циркония перспективы для применения в получении керамики при такой невысокой производительности установки?
13. Почему оценку элементного состава образцов, включая содержание примесей проводили только для индивидуальных оксидов? Каково их содержание в композиционных порошках?
14. Каков предполагаемый фазовый состав твердых частиц в суспензии?
15. Для каких порошков получены данные по размеру областей когерентного рассеяния и значениям удельной поверхности? Как эти величины меняются в процессе термического обжига?

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

диссертация «Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий» Илела Алфы Эдисона является законченной работой, соответствует положению о присуждении ученых степеней утвержденному постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842 и отвечает по содержанию паспорту специальности «05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», так как в диссертации рассматриваются технологии синтеза тугоплавких порошков оксида алюминия и циркония, включая исследования влияния состава растворов и суспензий, условий распыления и последующей термообработки на структуру и фазовый состав продукта;

получение изделий на основе синтезированных порошков, таких как композиционная алюмоциркониевая керамика, полимерные композиционные материалы, где оксид алюминия выполняет функцию армирующей добавки. Результаты, полученные в диссертации, соответствуют п. 1.2. и 1.4. паспорту специальности.

Диссертация «**Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий**» Илела Алфы Эдисона оформлена в соответствии с ГОСТ Р 7.0.1 1-2011. Диссертация соответствует требованиям, предъявляемым Положением о присуждении ученых степеней к кандидатским диссертациям в том числе п.95, является научно квалификационной работой.

Личный вклад автора заключается в участии в постановке цели и задач работы, в разработке методологии исследований, получении порошков на установке Nano Spray Dryer В-90 и изделий на их основе, обработке экспериментальных результатов, в обсуждении и интерпретации результатов, подготовке публикаций. По результатам исследования автором подобраны условия получения порошков оксидов алюминия и циркония с управляемой морфологией и составом.

Достоверность результатов работы подтверждается тем, что все исследования проведены на аттестованном оборудовании ОМ и НОИЦ НМНТ с применением современных методов диагностики материалов; проведена статистическая обработка экспериментальных данных, по теме исследований проведён анализ научных публикаций, российских и зарубежных патентов

Научные новизна работы заключается в следующем

- Установлено, что метод нанораспылительной сушки позволяет получать сферические молагрегированные частицы с контролируемой морфологией в зависимости от состава распыляемой среды: распыление из суспензий гидроксидов позволяет получать плотные заполненные частицы, а из растворов – преимущественно полые сферы с пористыми стенками и размером кристаллитов и пор ~100 нм.

- Установлено, что частицы Al_2O_3 и ZrO_2 , полученные с использованием нанораспылительной сушки суспензий гидроксидов, после отжига не агрегированы, а образующие их 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 отличаются больше, чем на 100 кДж/моль.

- Установлено, что при различном соотношении гидроксидов алюминия и циркония в суспензии, получаемой методом нанораспылительной сушки, после отжига получают композиционные порошки $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ различной морфологии: при равном мольном соотношении гидроксидов синтезируются кристаллиты соответствующих оксидов, равномерно распределённые в частице; при избытке одного из компонентов синтезируются частицы, состоящие из ядра и оболочки с различным фазовым составом.

- Установлено, что свободное спекание прессовок синтезированных композиционных порошков $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ обеспечивает консолидацию керамики с плотностью, сопоставимой с плотностью после более интенсивного искрового плазменного спекания, что обусловлено однородной морфологией частиц $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, получаемых методом НРС.

Теоретическая значимость диссертационной работы заключается в получении новых результатов, дополняющих знания по процессу двухстадийного синтеза наноструктурированных порошков Al_2O_3 , ZrO_2 и их композиций, что существенно снижает или полностью исключает добавки стабилизаторов в исходные системы, повышает чистоту синтезируемых порошков, позволяет управлять их морфологией.

Практическая значимость диссертационной работы заключается в следующем:

- Разработаны составы прекурсоров и условия получения методом нанораспылительной сушки порошков Al_2O_3 и ZrO_2 с размерами частиц от 0,8 до 3,5 мкм и кристаллитов ~100 нм. Благодаря тому, что частицы не агрегированы между собой, они равномерно распределяются в полимерной и керамической матрицах. Синтезированные НП Al_2O_3 применены в качестве

армирующей добавки полимерных гелей для очистки оптических стекол.

- Предложен состав прекурсоров для получения слабо агломерированных порошков ZrO_2 и $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ с равномерным распределением компонентов внутри частицы. Добавка порошков ZrO_2 к коммерческим порошкам $ZrO_2-Y_2O_3$ микронных размеров позволяет на $100^\circ C$ снизить температуру спекания керамики. Свободное спекание прессовок синтезированных композиционных порошков $Al_2O_3-ZrO_2$ обеспечивает консолидацию керамики с плотностью, сопоставимой с плотностью после более интенсивного искрового плазменного спекания.

Апробация работы: Результаты исследований представлены на Международных и Всероссийских конференциях: German-Russian Forum Nanotechnology (Томск, 2013) Science in the modern information society (Москва, 2013), Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (Томск, 2014), XV International scientific conference «The Youth Science Competition» (Москва, 2014), VII, VIII Всероссийской конференции «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов» (Томск, 2014, 2018), III, IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (Томск, 2014, 2015), XII, XV Международной конференции студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (Томск, 2015, 2018, 2019), Пятой Международной конференции «От наноструктур, наноматериалов и нанотехнологий к наноиндустрии» (Ижевск, 2015), 4th Elsevier conference «Nano Today 2015» (Dubai, UAE 2015), Научное сообщество студентов XXI столетия (Новосибирск, 2016), 7th International Conference «Nanoparticles, nanostructured coatings and microcontainers: technology, properties, applications» (Томск, 2016), Международной конференции «Наноматериалы и живые системы» NLS-2018 (Казань, 2018).

Список основных публикаций соискателя на тему диссертационной работы.

Результаты работы в полной мере представлены в 26 работах, в том числе в 6 научных статьях (4 из списка, рекомендуемого ВАК, 4 – Scopus).

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК, индексированных в базах Scopus и WoS

1. Лямина, Г. В. Синтез наноразмерных оксидов алюминия и циркония из водных и водно-спиртовых растворов с полиэтиленгликолем / Г.В. Лямина, А.Э. Илела, Э.С. Двилис, И.А. Божко, А.П. Гердт // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т.33. – №3. – С.55-62.

2. Лямина, Г.В. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония из растворов их солей методом распылительной сушки / Г.В. Лямина, А.Э. Илела, А.А. Качаев, Д. Амантай, П.В. Колосов, М.Ю. Чепрасова // Бутлеровские сообщения. -2013. Т.33. №2. С.119-124.

3. Лямина, Г.В. Керамика медицинского назначения из порошков системы $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$, полученных на установке нанораспылительной сушки / Г.В. Лямина, А.Е. Илела, Е.С. Двилис, М.С. Петюкевич, О.С. Толкачев // Российские нанотехнологии. – 2018. – Том 13, № 5–6, с. 124–130.

4. Пайгин, В. Д. Люминесцентная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, полученная традиционным спеканием в воздушной атмосфере / В.Д. Пайгин, С.А. Степанов, Д.Т. Валиев, Э.С. Двилис, О.Л. Хасанов, В.А. Ваганов, Т.Р. Алишин, М.П. Калашников, А.Э. Илела // Российские нанотехнологии. – 2019. – Том 14, № 3–4, с. 26–31.

5. Valiev, D. Structural and Spectroscopic Characterization of Tb^{3+} Doped $MgAl_2O_4$ spinel ceramics fabricated by SPS Technique / D. Valiev, O. Khasanov, E. Dvilis, S. Stepanov, V. Paygin, A.E. Ilela // Physica Status Solidi. – 2019. – Vol. 1900471. p.1-6. DOI: 10.1002/pssb.201900471.

6. Lyamina G.V., Ilela A. E., Khasanov O.L., Petykevich M.S., Vaitulevich E. Synthesis of $Al_2O_3-ZrO_2$ powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique // AIP Publishing. – 2016. –Vol.1772(1). –p. 1 – 6

Публикации в других источниках РИНЦ

7. Ilela, A. E. Aluminum oxide and zirconium oxide nanopowders synthesis by chemical precipitation and spray drying methods / A.E. Ilela, G.V. Lyamina, V.N. Demcenko // 18th International Scientific and Practical Conference of Students, Post-graduates and Young Scientists XVIII Modern Technique and Technologies. – Tomsk, 2012. – P. 244 – 245.

8. Илела, А.Э. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония из растворов их солей методом распылительной сушки / А.Э. Илела, Г.В. Лямина, М.С. Сыртанов, А.А. Качаев, Э.С. Двилис // V Всеросс. конф. молодых ученых «Материаловедение, технологии и экология в 3-м тысячелетии». – Томск, 2012 – С. 3-24 – 3-27.

9. Илела, А.Э. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония методом распылительной сушки из водно-спиртовых растворов / А.Э. Илела, Г.В. Лямина, А.А. Качаев, Э.С. Двилис, И.А. Божко // V Школа-семинар сети центров коллективного пользования научным оборудованием «Исследования и метрология функциональных материалов». – Томск, 2012. – С. 254-260.

10. Ilala, A.E. Synthesis of aluminum oxide and zirconium dioxide by the spray drying method / A.E. Ilala, Lyamina G.V. // German-Russian Forum Nanotechnology. – Tomsk, 2013. – P.18.

11. Илела, А.Э. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония методом распылительной сушки из водно-растворов / А.Э. Илела, Г.В. Лямина // VI Всеросс. конф. «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов». – Томск, 2013. – С. 75-79.

12. Илела, А.Э. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония с помощью метода обратного осаждения / А.Э. Илела, Г.В. Лямина, А.Ф. Тайыбов // II Междунар. науч.-практ. конф. «Наука в современном информационном обществе». – Москва, 2013. –Т.3. –С. 215 – 217.

13. Илела, А.Э. Синтез нанопорошков оксидов алюминия и циркония методом распылительной сушки / А.Э. Илела, А.Ф. Тайыбов // III Межд. науч.-техн. конф. молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике». – Томск, 2014. – С. 93 – 96.

14. Илела, А.Э. Использование установки NanoSpray Dryer B-90 для синтеза нанопорошков оксидов алюминия и циркония / Илела А.Э., Тайыбов А.Ф. // VII Всеросс. конф. «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов. – Томск, 2014. Т.2 – С. 217–223.

15. Ilala, A.E. Synthesis of aluminum oxide and zirconium dioxide with Nanospray Dryer B-90 / A.E. Ilala, G.V. Lyamina, A.F. Taybov // XV international Scientific conference «High-Tech in Chemical Engineering»: – Moscow, 2014. – P. 203.

16. Ilala, A.E. Synthesis of aluminum oxide and zirconium dioxide with combination of spray dryer method and reverse precipitation method / A.E. Ilala, G.V. Lyamina // International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects – Tomsk, 2014. – P. 291.

17. Подгаецкая, В.В. Получение композиционных порошков на основе оксидов алюминия циркония из водных растворов / В.В. Подгаецкая, А.Э. Илела // IV Межд. науч.-техн. конф. молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике». –Томск, 2015. –С 136 – 140

18. Илела, А.Э. Получение корундоциркониевых нанопорошков с использованием установка Nano Spray Dryer B-90 / А.Э. Илела, А.Э. Нургысанова, Г.В. Лямина, А.Ф. Тайыбов, С.А. Бормотова // Пятая Межд. конф. «От наноструктур, наноматериалов и нанотехнологий к наноиндустрии». – Ижевск, 2015. – С. 17 – 19.

19. Нургысанова, А.Э. Получение композиционных порошков на основе оксидов алюминия циркония из водных растворов / А.Э. Нургысанова, А.Э. Илела, В.В. Подгаецкая // XII Межд. конф. студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук». – Томск, 2015. – С.1055 – 1057.

20. Ilala, A.E. Synthesis of $ZrO_2-Al_2O_3$ nanopowders by nano spray dryer B-90 / A.E. Ilala, G.V. Lyamina, A.E. Nurgysanova, V.V. Podgaetskaya, A.F. Taybov // 4th Nano Today 2015 «Elsevier conference». – Dubai, 2015. No.P4-06.

21. Подгаецкая, В.В. Синтез наноразмерного ZrO_2 из цитратсодержащих суспензий / В.В. Подгаецкая, А.Э. Илела // XXXIX студенческая Междунар. науч.-практ. конф. «Научное сообщество студентов XXI столетия. Технические науки». – Новосибирск, 2016. – № 2 (38). – С. 111–115

22. Ilala, A.E. $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanopowders obtained by Nano Spray method. / A.E. Ilala. G.V. Lyamina // 7th International Conference "Nanoparticles, nanostructured coatings and microcontainers: technology, properties, and applications". – Tomsk. 2016. – P. 25

23. Нечкасов, И.С. Получение композиционных нанопорошков $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ из суспензий с лимонной кислотой методом распылительной сушки / И.С. Нечкасов А.Э. Илела, Г.В. Лямина // V Междунар. науч.-техн. конф. молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике». – Томск, 2016. – С. 141 – 143.

24. Подгаецкая, В.В. Получение ZrO_2 из цитратсодержащих суспензий с помощью установки Nano Spray Dryer B-90 / В.В. Подгаецкая, А.Э. Илела, Г.В. Лямина // Там же. – С. 150.

25. Сюэ, М. Получение наночастиц оксида алюминия с различной морфологией / М. Сюэ, А.Э. Илела, Г.В. Лямина // XV Межд. конф. студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук». – Томск, 2018. – С. 312 – 314.

26. Илела, А.Э. Получение нанопорошков методом нанораспылительной сушки: обзор / А.Э. Илела, Г.В. Лямина // VIII Всеросс. конф. «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов»: Томск, 2018. – Т.1 – С. 13–20.

Соответствие работы приоритету развития науки и техники Российской Федерации (Указ президента РФ от 07.07.2011 г. №899):

2. Индустрия наносистем

Диссертация «Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий» Илелы Алфы Эдисона соответствует порядку присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете от 06 декабря 2018 г. № 93/од.

Диссертация «Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий» Илелы Алфы Эдисона рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Заключение принято на заседании научного семинара отделения материаловедения и Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии», инженерной школы новых производственных технологий.

Присутствовало на научном семинаре - 14 чел. Результаты голосования: «за» - 14 чел., «против» - нет, «воздержалось» - нет, протокол № 5 от «24» апреля 2019 г.

Председатель научного семинара

д.ф.-м.н., с.н.с. НОИЦ НМНТ ИШНПТ ТПУ

 Э.С. Двилис

Секретарь научного семинара
к.х.н., доцент ОМ ИШНПТ ТПУ

 Г.В. Лямина

