

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования

**«Пермский национальный исследовательский политехнический
университет»**

**Заключение диссертационного совета Д ПНИПУ.05.16
по диссертации Поздеевой Татьяны Юрьевны
на соискание ученой степени кандидата технических наук**

Диссертация «Влияние внешнего магнитного поля на формирование анизотропной структуры углерод-керамических материалов при гелевом литье» по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы (технические науки) принята к защите «27» сентября 2023 г. (протокол заседания № 3) диссертационным советом Д ПНИПУ.05.16, созданным по приказу ректора Пермского национального исследовательского политехнического университета от «05» октября 2022 г. № 92-О в рамках реализации предоставленных ПНИПУ прав, предусмотренных абзацами вторым - четвертым пункта 3.1 статьи 4 Федерального закона от 23 августа 1996 г. N 127-ФЗ «О науке и государственной научно-технической политике» на основании распоряжения Правительства Российской Федерации от 23 августа 2017 г. N 1792-р.

Диссертация выполнена в ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» Министерства образования и науки РФ, кафедра «Механика композиционных материалов и конструкций».

Научный руководитель – Порозова Светлана Евгеньевна, доктор технических наук, доцент, ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», профессор кафедры «Механика композиционных материалов и конструкций».

Официальные оппоненты:

Гынгазов Сергей Анатольевич, доктор технических наук (специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния), профессор, ведущий научный сотрудник ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Тарасовский Вадим Павлович, кандидат технических наук (специальность 05.17.11 - химическая технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов), ведущий научный сотрудник Лаборатории керамических и композиционных материалов Инжинирингового центра мобильных решений, ФГБОУ ВО «Российский технологический университет (МИРЭА), Лауреат Премии РФ.

Ведущая организация ООО. Научно-технический центр «Бакор», г. Москва (отзыв

ведущей организации утвержден 22.11.2023 г. заместителем генерального директора по инновационно-техническому развитию ООО «Научно-технического центра» Бакор» Королевым Михаилом Николаевичем, заслушан на заседании Научно-Технического Совета ООО «Научно-технического центра» Бакор» и подписан Иконниковым Константином Игоревичем – кандидатом технических наук, руководителем НИЦ Специальной керамики, Бернтом Дмитрием Дмитриевичем – кандидатом физико-математических наук, ученым секретарем, Серебрянским Дмитрием Александровичем – кандидатом технических наук, начальником лаборатории пыле-газоочистки, Зимбовским Ильей Геннадьевичем – кандидатом технических наук, заместителем руководителя НИЦ по научно-исследовательской работе, Галгановой Анной Львовной – заместителем руководителя НИЦ, Пунцуковой Байгал Тубденовной – кандидатом технических наук, старшим научным сотрудником.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован областью их компетентности и научной деятельностью, связанной с исследованиями керамических и композиционных материалов, в том числе в части разработки методов их получения с помощью различных физических воздействий.

В отзывах официальных оппонентов и ведущей организации отмечено, что диссертационная работа представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, и Порядком присуждения ученых степеней в ПНИПУ, утвержденным приказом ректора ПНИПУ от 09 декабря 2021 г. № 4334-В.

По теме диссертации соискателем опубликовано 22 научных труда, в том числе 7 работ – в ведущих рецензируемых научных изданиях, рекомендованных для опубликования основных научных результатов диссертации на соискание ученой степени, из них 2 работы – в изданиях, индексируемых в международных базах цитирования Web of Science и Scopus, соискателем получен 1 патент на изобретение. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем научных трудах. Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Влияние гидрофильных сред на характеристики диспергируемых многостенных углеродных нанотрубок / С.Е. Порозова, Т.Ю. Поздеева, Д.С. Вохмянин, Ю.А. Лаптева // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. 2020. Т.22. №2. С. 23–30. *Приведены результаты исследований углеродсодержащих суспензий различных составов, полученных методом ультразвукового диспергирования на седиментационную устойчивость и равномерное распределение углеродного наполнителя в жидкой среде. Выявлен оптимальный диспергант для дальнейшего введения углеродной компоненты в керамическую матрицу.*

2. Role of Nanopowder Agglomerates in Forming the Structure and Properties of Ceramic Materials/ S. E. Porozova, V. B. Kul'met'eva, T. Yu. Pozdeeva, V. O. Shokov // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2021. V.62. №2. P. 226–232. *Приведено описание технологии получения золь-гель методом исходных цирконийсодержащих порошков с улучшенными свойствами для их дальнейшего использования при получении композиционного материала. Показано влияние используемых порошков и их характеристик на вязкость шликерных масс.*

3. Поздеева Т.Ю., Порозова С.Е., Шоков В.О. Влияние добавки CuO на материал системы $ZrO_2-Y_2O_3$ // Вопросы атомной науки и техники серия: Материаловедение и новые материалы. 2022. № 22 (133). С. 28–34. *Приведено описание разработанной технологической схемы синтеза углерод-керамических композиционных материалов с добавлением в матричный порошок оксида меди и результаты изучения его свойств в зависимости от состава и параметров технологии при получении композита.*

На автореферат и диссертацию поступило 6 отзывов (все отзывы положительные); от с.н.с. Института материаловедения Дальневосточного отделения Российской академии наук (им ДВО РАН), к.т.н. Дворника Максима Игоревича; профессора Научно-образовательного центра Н.М. Кижнера Национального исследовательского Томского политехнического университета, д.т.н. Хабас Тамары Андреевны; к.т.н., доцента кафедры материаловедения в машиностроении ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет» Черкасовой Нины Юрьевны; Главного инженера проекта ОРНБ, АО "Чепецкий механический завод", к.т.н, Копарулина Игоря Геннадьевича; зав. кафедрой «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского государственного технического университета, д.ф.-м.н., профессора Амосова Александра Петровича; профессора-консультанта Инженерной школы новых производственных технологий ФГАОУ ВО НИ ТПУ, д.т.н. Верещагина Владимира Ивановича и м.н.с. Инженерной школы новых производственных технологий ФГАОУ ВО НИ ТПУ, к.т.н. Шарфеева Шарифа Мнировича.

Во всех отзывах отмечено, что диссертационная работа актуальна, является полным, законченным исследованием, соответствует требованиям к кандидатским диссертациям, а ее автор, Поздеева Татьяна Юрьевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

В отзывах содержатся следующие пожелания, вопросы и замечания: Не обоснован выбор TiO_2 и ZrO_2 , в качестве керамических матриц, не понятен выбор CuO в качестве добавки; чем обусловлено естественное разрушение композитов $ZrO_2-Y_2O_3-CuO$?; откуда после деградации образуются хлорсодержащие фазы. Что будет, если содержание МУНТ будет уменьшено или увеличено? Важно ли выполнять условие содержания МУНТ 0,05 масс. %?; нет доказательств того, что МУНТ сохранились при спекании; Чем обусловлена высокая K_{1C}

в продольном направлении в сравнении с поперечным для $ZrO_2-Y_2O_3-CuO$; Диаметр мелких тел и материал из которого они сделаны? Наблюдался ли намол SiO_2 ? Кажущаяся плотность спеченной керамики из ZrO_2 5,95-6,05 г/см³. К чему относится 7? Можно ли подробно описать рельеф поверхности на рис. 1?; Что имеется в виду под «синтезом шликера»?; не приведен эскиз образца с указанием направления $P_{пресс}$; на рис. 8 не хватает подписей. На рис. 9 разное увеличение - сравнение затруднено; что подразумевается под «USB-микроскопией»?; в конце каждой главы диссертации нет ссылок на опубликованные автором статьи; надо было включить в диссертацию раздел по разработке технологии; в Основных выводах и результатах работы не представлены рекомендации по практическому использованию; не указано, из какого прекурсора был получен $ZrO_2-Y_2O_3$; не описано влияние УЗ излучения на формирование углерод-керамических суспензий и заготовок; усадка в процессе спекания показана в абс. ед. (мм), не указана относительная плотность и пористость получаемых образцов; влияние анизотропии на свойства не исследовано; не указаны погрешности для HV и K_{1C} ; сокращение УЗД не раскрыто в автореферате. на стр. 12 указан широкий интервал содержания МУНТ от 0,05 до 0,5 масс. %; проводилась ли предварительная подготовка порошков $ZrO_2-3Y_2O_3$; в материале, зафиксированы агломераты МУНТ. Чем это можно объяснить?; нет информации о качестве используемых материалов; надо писать измерение открытой пористости и кажущейся плотности методом Архимеда; на основе срезов 3D модели можно сделать вывод о неравномерном распределении пор по высоте образца. Как это влияет на физико-механические свойства?; нет данных по пределу прочности материала при сжатии и изгибе.

На все заданные вопросы были получены ответы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана новая экспериментальная методика гелевого литья, обеспечивающая получение анизотропной структуры материала;

предложены рекомендации по параметрам искрового плазменного спекания керамических и углерод-керамических композиционных материалов в восстановительной среде с матрицами на основе $ZrO_2-3Y_2O_3-0,3CuO$ и TiO_2 ;

доказана перспективность использования слабых магнитных полей для получения анизотропных углерод-керамических композиционных материалов на этапе их формования.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана возможность влияния внешним магнитным воздействием на формирование композиционных материалов, в частности, углерод-керамических;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс базовых методов исследования, таких как оптическая и электронная микроскопия, рентгено-

руктурный и Рамановский анализ, методы трибологических испытаний, измерений твердости и трещиностойкости, метод импедансной спектроскопии для изучения удельного электросопротивления, а также экспериментальные методики гелевого литья керамик, механоактивации порошковых смесей и диспергации углеродсодержащего сырья, искрового плазменного спекания – для получения углерод-керамических композиционных материалов на основе трех типов керамических матриц;

изложены представления о контролируемом управлении структурой и характеристиками материала с помощью сверхнизких МП в процессе компактирования и ИПС порошковых смесей;

раскрыты новые взаимосвязи в геометрии используемых постоянных магнитных полей и направления наполнителя при получении анизотропных наноконпозиционных материалов;

экспериментально определено, что фазовый состав матрицы на основе TiO_2 меняет свою стехиометрию в ходе искрового плазменного спекания в восстановительной среде, что способствует проявлению электропроводящих свойств материала;

изучены фазовые составы углеродных и керамических материалов, оказывающие влияние на формирование анизотропной структуры углерод-керамических композитов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработана методика гелевого литья керамики, совмещенная со сверхнизким МВ (5-10 мкТл), что обеспечивает получение углерод-керамического композиционного материала с анизотропной структурой углеродного наполнителя в двух взаимно перпендикулярных направлениях в объеме материала (патент РФ № 2775926);

определены зависимости физико-механических характеристик углерод-керамических композиционных материалов от состава матриц и массового содержания углеродного наполнителя. Композит на основе $ZrO_2-3Y_2O_3$ обладает высокой износостойкостью в сравнении с TiO_2 . Увеличение содержания МУНТ способствует снижению коэффициента трения с 0,3 до 0,21 и удельного электросопротивления от $(5\pm 1)\cdot 10^{-2}$ Ом·см до $(2,2\pm 0,4)\cdot 10^{-2}$ Ом·см. Для композита на основе $ZrO_2-3Y_2O_3-0,3CuO$ показатели K_{IC} повышаются в 3 раза до 22-27 МПа×м^{1/2} от установленных известных значений. Оптимальное содержание МУНТ составляет от 0,05 до 0,5 масс. %.

созданы практические рекомендации по синтезу керамики из порошков $ZrO_2-3Y_2O_3$, $ZrO_2-3Y_2O_3-0,3CuO$, TiO_2 методом ИПС в восстановительной среде с сохранением анизотропии структуры конечных компактов;

предложены рекомендации по практическому использованию трех типов расположения магнитов относительно литьевого канала, области применения углерод-керамических композитов в зависимости от состава матрицы и получаемых свойств.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что для **экспериментальных работ** результаты получены на сертифицированном оборудовании, показана воспроизводимость результатов; **теория** построена на известных, проверяемых данных и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации или по смежным отраслям; **идея базируется** на обобщении передового опыта синтеза углерод-керамических композиционных материалов под воздействием магнитного поля; **использовано** сравнение результатов автора и данных, полученных ранее по рассматриваемой тематике, которые не противоречат друг другу; **использованы** современные методики сбора и обработки исходной информации и сравнительные испытания свойств разработанных материалов, проведена статистическая обработка данных.

Личный вклад соискателя состоит в **выполнении** обзора научно-технической, патентной и исследовательской литературы по вопросам синтеза углерод-керамических композиционных материалов методом гелевого литья керамик, методов энергетического воздействия на вещество; **разработке** конструктива литьевой формы из немагнитного материала со встраиваемыми магнитами, синтез исходного сырья и экспериментальных образцов с различным соотношением керамической матрицы и МУНТ, исследовании структуры КМ и его исходных компонентов; **обработке** полученных экспериментальных данных, полученных на аналитическом и исследовательском оборудовании с использованием статистических программ; **подготовке** основных публикаций по результатам выполненной работы.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, и Порядком присуждения ученых степеней в ПНИПУ, утвержденным приказом ректора ПНИПУ от 09 декабря 2021 г. № 4334-В: в ней изложены новые научно-обоснованные технологические решения для контролируемого получения анизотропной структуры композиционных материалов с многостенными углеродными нанотрубками на основе $ZrO_2-3Y_2O_3$, $ZrO_2-3Y_2O_3-0,3CuO$, TiO_2 с помощью внешних магнитных полей, влияния среды спекания на свойства керамики и процессы фазообразования в новых углерод-керамических композиционных материалах, имеющие существенное значение для технологического развития страны.

На заседании «07» декабря 2023 г. диссертационный совет Д ПНИПУ.05.16 принял решение присудить Поздеевой Татьяне Юрьевне ученую степень кандидата технических наук (протокол заседания № 6).

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 12 чело-

век, из них 6 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 17 человек, входящих в состав совета, проголосовал: за присуждение ученой степени – 12, против присуждения ученой степени – 0, недействительных бюллетеней – 0.

Председатель диссертационного совета

Д ПНИПУ. 05.16, доктор технических наук, доцент

 /Оглезнева С.А./

Ученый секретарь диссертационного совета

Д ПНИПУ. 05.16, кандидат наук

 /Кульметьева В.Б./

«07» декабря 2023 г. м.п.

