

ОТЗЫВ

официального оппонента Иванова Д.А. по диссертационной работе
Аунг Чжо Мо

на тему «Композиционная керамика на основе электроплавленного корунда с эвтектическими добавками в системах $Al_2O_3-TiO_2-MnO$, $Al_2O_3-MgO-MnO$, $Al_2O_3-MgO-SiO_2$, $Al_2O_3-SiO_2-TiO_2$ », представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 - «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Актуальность темы диссертации

Тема диссертационной работы является, несомненно, актуальной.

Это определяется тем, что разработанные в рамках работы материалы на основе электроплавленного корунда, благодаря простоте технологии и достигаемому уровню физико-механических свойств, могут найти широкое применение в высокотемпературной технике в качестве элементов футеровки, огнеприпаса, а также в качестве износостойких изделий, деталей электронной техники и в составе комбинированной бронезащиты.

Оригинальность темы представленной работы объясняется тем, что в настоящее время электрокорунд традиционно используется только как свободный абразивный материал для механической обработки различных деталей, а также как зернистый наполнитель в корундовых огнеупорах, вводимый глиноземистые связки. Температура спекания на воздухе таких корундовых огнеупоров, как правило, составляет 1700 – 1750 °С.

Получение плотных корундовых огнеупоров путем спекания сырых изделий, состоящих собственно из зерен электроплавленного корунда любых фракций (от самых мелких до крупных) или их смесей, является неосуществимой задачей из-за инертного состояния поверхности зерен, вследствие чего диффузионные процессы являются крайне заторможенными.

В результате при попытке спекания таких материалов имеет место лишь незначительное припекание по межзеренным границам и крайне неудовлетворительная прочность.

Однако идея создания высокоплотного и прочного материала из зерен электроплавленного корунда является чрезвычайно перспективной благодаря возможности достижения потенциально высоких показателей таких свойств, как прочность, трещиностойкость, твердость, износостойкость при отсутствии собирательной рекристаллизации при спекании.

В рамках данной работы предложена и реализована идея создания такого материала на основе зерен электроплавленного корунда, спекаемого на воздухе при температуре 1450 – 1550 °С до высокоплотного состояния по жидкофазному механизму. Это стало возможным благодаря использованию определенных добавок эвтектического состава из оксидов, образующих при спекании расплав, смачивающий поверхность зерен электроплавленного корунда.

Представленные в работе технологические подходы и физико-механические свойства разработанных материалов показывают перспективность данной разработки и ее продолжение.

Оценка содержания диссертации, научной новизны и практической значимости.

Содержание работы.

При выполнении работы автором было использовано современное технологическое и исследовательское оборудование, также специальные методики исследования.

Достоверность полученных данных обеспечивается использованием поверенного испытательного оборудования и статистической обработкой экспериментальных данных по общепринятым стандартным методикам.

Диссертант провел значительную экспериментальную работу по получению порошков эвтектических составов путем термоллиза гомогенных смесей исходных порошковых компонентов, которые получали смешиванием в планетарной мельнице. После термоллиза полученный продукт подвергали измельчению до субмикронной дисперсности и вводили в качестве добавки в зернистый порошок электроплавленного корунда. Важной стадией разработанной технологии является механическая обработка в планетарной мельнице шихты (зерна электрокорунда + эвтектическая добавка), обеспечивающая равномерное распределение смешиваемых компонентов, а также их механоактивацию. Экспериментальным путем подобраны температурно-временные параметры процесса спекания сырых образцов на воздухе (1450 – 1550 °С, 2 часа), обеспечивающие повышенные физико-механические свойства получаемой композиционной керамики.

В результате работы получен целый класс композиционных керамических материалов на основе электроплавленного корунда с добавкой эвтектического состава в оксидной системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-MnO}$ (1 – 7 % масс), $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-SiO}_2$ (1 – 7 % масс), $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ (1 – 7 % масс), $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-MnO}$ (1 – 15% масс), а также с добавкой эвтектического состава $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-MnO}$ (2 – 5% масс), модифицированной частично стабилизированным диоксидом циркония ZrO_2 (3,0 моль% Y_2O_3) (10 – 30 % масс).

В рамках работы с привлечением современных методов исследования изучены физико-механические свойства и структура разработанных керамических композиционных материалов, а также определены возможные области их применения.

Научная новизна.

Научная новизна диссертационной работы представлена корректно и заключается в следующем:

- установлено, что характер изменения усадки и пористости композитов в зависимости от температуры обжига определяется составом эвтектической добавки оксидной системы, количеством этой добавки и температурой эвтектического расплава (минимальная пористость композитов составляет 0,2-1 % при плотности 3,80 – 3,89 г/см³ достигается при содержании эвтектической добавки 7% масс и 15% масс и при температуре обжига 1550°C).

- показано, что спекание разработанного композиционного материала осуществляется по жидкофазному механизму для всех исследуемых составов: при обжиге образуется расплав эвтектики, который смачивает поверхность зерен электрокорунда и за счет сил поверхностного натяжения расплава достигается их максимальное уплотнение.

- установлено, что при использовании эвтектической добавки в системе Al₂O₃-TiO₂-MnO при температуре обжига в интервале 1450 – 1550 °C достигается одинаковое уплотнение при всех количествах вводимой добавки (1 – 7% масс), что обусловлено образованием одинакового количества расплава и неизменностью его вязкости в выбранном температурном интервале обжига, последнее связано с одновременным присутствием в расплаве оксидов MnO и TiO₂.

- показано, что микроструктура получаемых композиционных материалов имеет ламилярное строение: вокруг зерен электроплавленного корунда локализованы субмикронные равноосные включения закристаллизованных фаз, образующие непрерывный каркас; композит электрокорунд – эвтектическая добавка Al₂O₃-TiO₂-MnO (2 – 5% масс), модифицированная частично стабилизированным диоксидом циркония ZrO₂ (3,0 моль%Y₂O₃) (10 – 30 % масс) имеет однородную равнокристаллическую структуру по типу «композит в композите».

- установлено, что прочность образцов разработанных композиционных материалов зависит от вида кристаллизующихся фаз из эвтектического расплава и их взаимодействия с поверхностью зерен электроплавленного корунда (достигнутая прочность при изгибе составляет 200 – 330 МПа). Модифицирование эвтектической добавки в системе Al₂O₃-TiO₂-MnO (5 % масс) частично стабилизированным диоксидом циркония (20 % масс) (зерна электроплавленного корунда – 75 % масс) позволяет получить повышенную прочность при изгибе (400 – 420 МПа) благодаря реализации эффекта трансформационного упрочнения вследствие $t \rightarrow m$ фазового перехода.

Практическая значимость.

Диссертантом разработана простая технология, позволяющая получать новые плотные композиционные керамические материалы на основе

электроплавленного корунда с пониженной температурой спекания 1450-1550 °С благодаря использованию различных эвтектических добавок на основе оксидных систем.

Разработанная композиционная керамика на основе электроплавленного корунда является высокоплотным, высокотвердым материалом с прочностью при изгибе 330 – 420 МПа и может быть использована:

- в качестве элементов футеровки в конструкции высокотемпературных агрегатов, эксплуатируемых при температуре ниже температуры образования эвтектического расплава.

- в качестве термостойкого огнеприпаса для использования при температуре ниже температуры образования эвтектического расплава.

- для применения в качестве износостойких изделий в различных парах трения.

- в качестве специальных изделий электронной техники.

- для применения в составе комбинированной бронезащиты.

Достоверность результатов.

Достоверность результатов и выводов диссертации обеспечена использованием современных методов исследования, поверенного высокоточного современного оборудования и подтверждается воспроизводимостью полученных экспериментальных данных.

Интерпретация полученных экспериментальных зависимостей и трактовка предложенных теоретических положений не противоречат классическим научным представлениям, принятым в материаловедении и технологии композиционных материалов.

Замечания по работе:

1. Для получения керамических материалов с эвтектической добавкой $Al_2O_3 - TiO_2 - MnO$ был использован порошок ЭПК марки F1000 (с размером частиц 10 – 12 мкм) и марки F600 (с размером частиц 20 – 25 мкм). При этом шихту для прессования получали путем механической обработки (МО) порошковой смеси в планетарной мельнице с использованием корундовых сферических помольных тел (корундовых шаров) в течение 40 – 60 минут с целью равномерного перемешивания и механоактивации.

В данном случае можно утверждать, что в результате МО, вследствие интенсивного ударно-истирающего воздействия корундовых шаров, будет происходить существенное измельчение частиц ЭПК с изменением зернового состава, как порошка марки F1000, так и порошка марки F600. Тогда конечный зерновой состав этих измельченных порошков, по-видимому, не будет существенно отличаться.

В связи с изложенным, следует объяснить, какая идея закладывалась в использование этих порошков (F1000 и F600) с учетом изменения их зернового состава в результате МО? Если в этом случае достигается

повышение каких-либо конкретных свойств спеченных материалов, то необходимо было привести распределение частиц по размерам порошков F1000 и F600 после их МО в планетарной мельнице.

2. Как указано в работе, для материала, полученного из ЭПК (F1000) и эвтектики состава $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2 - \text{MnO}$, зафиксированы одинаковые значения относительной линейной усадки и открытой пористости при температуре обжига 1450 °С, 1500 °С и 1550 °С при одинаковом содержании эвтектического компонента (1,3,5,7% масс) (диссертант объясняет это неизменностью вязкости эвтектического расплава в выбранном температурном интервале).

Но в этом случае, совершенно очевидно, что значения прочности при изгибе образцов (при заданных температурах обжига и при одинаковом содержании эвтектического компонента) не должны отличаться в пределах погрешности их измерения. Тогда как на рис.3.1.3 автореферата показано, что максимальные значения прочности при изгибе относятся к образцам, обожженным при температуре 1550 °С. Если этот факт имеет конкретную физико-химическую трактовку, то ее следует привести.

3. Для материала, полученного из ЭПК (F600) и эвтектики состава $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2 - \text{MnO}$, обожженного при 1550 °С, приведены необъяснимые данные в табл.3.2.1 (см. автореферат). Из приведенных данных следует, что с увеличением количества эвтектического компонента (от 1 до 7 % масс) имеет место увеличение усадки, плотности (снижение пористости), но при этом наблюдается падение прочности при изгибе с 215 МПа до 208 МПа!!!

Возможно, это техническая ошибка представления экспериментальных данных?

4. Для материала, полученного из ЭПК и эвтектики состава $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO} - \text{MnO}$, максимальная усадка и прочность при изгибе (при нулевой пористости) достигается только при повышенном содержании (10 - 15 % масс) эвтектического компонента (рис. 4.2а, см. автореферат), по сравнению с другими типами разработанных материалов. Такой же результат был зафиксирован для материала, включающего ЭПК и эвтектику состава $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO} - \text{SiO}_2$ (табл. 5.1.2). Чем это можно объяснить? (в материалах диссертации нет физико-химической трактовки этого результата).

5. Для материала, состоящего из ЭПК и эвтектики состава $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 - \text{TiO}_2$, зафиксированы самые низкие значения физико-механических свойств (рис. 5.2.2) в ряду разработанных материалов. Для понимания общих закономерностей получения разработанных материалов необходимо дать объяснение этому результату.

6. Как указано в материалах работы, получение композиционной керамики, содержащей в качестве упрочняющей фазы тетрагональный диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия ($t\text{-ZrO}_2$ 3% мол. Y_2O_3), предполагает механическое смешивание порошковых компонентов в планетарной мельнице.

В этом случае частицы $t\text{-ZrO}_2$ (3% мол. Y_2O_3) будут подвергаться ударно-истирающему воздействию помольных керамических тел, что будет инициировать преждевременный $t \rightarrow m$ переход с накоплением моноклинной фазы в составе шихты (это известный факт, поэтому смешивание порошковых компонентов при использовании $t\text{-ZrO}_2$ рекомендуется проводить через суспензии).

В связи с этим возникает вопрос: проводился ли контроль изменения фазового состава шихты (Z1 – Z5) после механического смешивания с целью определения наличия моноклинной фазы ZrO_2 ? (наличие m - ZrO_2 в любом количестве в составе шихты может существенно понижать механические свойства спеченного материала).

7. Все полученные керамики относятся к классу композиционных керамических материалов. Для них принципиально важно знать, какой тип связи реализуется по границе раздела компонентов, составляющих эти композиты?

Можно ли полагать, что по границе раздела «зерно ЭПК – закристаллизованная эвтектика» реализуется адгезионно-химический тип связи? При этом следует отметить, что диссертант ошибочно называет частицы ЭПК монокристаллами (см. стр. 13 автореферата).

Сделанные замечания не снижают общей высокой оценки диссертации.

Заключение

В целом представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и является законченной научно - исследовательской работой.

Она вносит существенный вклад в научно-технологические основы процесса получения новых композиционных материалов на основе корунда с пониженной температурой спекания.

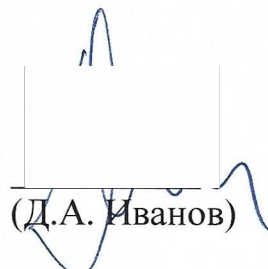
Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, обсуждены на российских и международных конференциях и опубликованы в 8 печатных работах, в том числе в 3 - х статьях в рецензируемых научных журналах с базой цитирования Scopus, включенных в перечень ВАК.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

По научному уровню полученным результатам, содержанию и оформлению представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Аунг Чжо Мо заслуживает присуждения ученой степени

кандидата технических наук по специальности 05.17.11 - «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Доцент кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов» «МАИ (национальный исследовательский университет)» к.т.н.


(Д.А. Иванов)

*Подпись Д.А. Иванова заверено
зам. нач. службы по работе с персоналом*


ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Иванов ДА


ИИПЧ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Иванов Дмитрий Алексеевич,

Кандидат технических наук, специальность 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», доцент кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Адрес: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3.

Тел.: 8(917) 573-39-97. E-mail: dali_888@mail.ru.