

ОТЗЫВ

официального оппонента Кусманова Сергея Александровича
на диссертационную работу Корнюшина Максима Витальевича на тему
«Структура и свойства оксидной керамики, изготовленной методом
холодного спекания», представленной на соискание ученой степени
кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение
(технические науки).

Актуальность темы диссертации

Диссертация Корнюшина Максима Витальевича посвящена решению актуальной задачи, связанной с исследованием закономерностей в изменении структуры, состава и свойств оксидной керамики от условий и режимов холодного спекания. В частности, в работе развивается научно-обоснованный подход к подбору условий изготовления оксидной керамики методом холодного спекания.

С момента первой публикации на тему холодного спекания в 2016 году данный метод стремительно развивается, о чем говорит увеличение количества публикаций с каждым годом и расширение номенклатуры спекаемых материалов. Таким образом, интенсивность исследований в данной области постоянно растет. В настоящее время это один из самых перспективных методов снижения температуры спекания керамических материалов. По сравнению с традиционной технологией, где термообработка заготовок проводится при температуре, как правило, не менее 1200 °C, метод холодного спекания позволяет консолидировать керамику при температурах, не превышающих 450 °C. Существенное снижение температуры спекания позволяет избежать таких негативных явлений, характерных для традиционной технологии, как интенсивный рост зерен и появление нежелательных фаз, что сказывается на функциональных свойствах керамики. Кроме того, в работе продемонстрирована возможность изготовления высокоэнтропийных керамических материалов с сохранением их структуры и свойств. Данные материалы являются термически неустойчивыми и теряют свои функциональные свойства при применении традиционных технологий изготовления. Помимо них в работе ведется исследование важных оксидных материалов для радиоэлектроники, к которым относятся оксид цинка и титанат бария.

Все сказанное выше свидетельствует об актуальности темы, выбранной соискателем.

Степень обоснованности научных положений, выводов и результатов диссертационной работы

Автор диссертационной работы провел качественный анализ отечественных и зарубежных научных работ по теме исследования подходов к снижению температуры спекания керамических материалов и процесса холодного спекания керамики из оксида цинка и титаната бария, причем большинство работ издано в период с 2016 по 2024 годы, что свидетельствует о достаточно серьезной базе, заложенной в основу исследований.

В работе имеются три защищаемых положения.

1. Прогнозируемое варьирование состава и структуры оксидной керамики холодного спекания возможно путем изменения температуры и механического давления процесса, природы и количества активирующей добавки, что показано на трех видах материалов: ZnO , $BaTiO_3$ и высокоэнтропийной керамике.

По данному положению в работе имеется теоретическое и экспериментальное подтверждение того, что добавки $Zn(CH_3COO)_2$ и NH_4Cl при холодном спекании оксида цинка, $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ при холодном спекании титаната бария изменяют pH среды, что увеличивает растворимость твердого вещества и способствует формированию плотной керамики по механизму растворения-осаждения. Варьирование природы и содержания активирующих добавок позволяет изменять средний размер зерен и относительную плотность керамики. Так, использование добавки NH_4Cl позволяет изготовить образцы керамики из оксида цинка со средним размером зерен в 3 раза меньше, чем при использовании $Zn(CH_3COO)_2$ с близкой относительной плотностью. Средний размер зерен керамики титаната бария существенно зависит от температуры спекания, что связано, видимо, с состоянием водной среды, выступающей в качестве активатора.

2. Подбор режимов и условий холодного спекания оксидной керамики, обеспечивающих получение прогнозируемых состава, структуры и свойств, возможен на основании данных об обработке оксидных материалов в среде паров воды или среде сверхкритического водного флюида.

По данному положению в работе имеется теоретическое и экспериментальное подтверждение того, что при холодном спекании порошка оксида цинка и титаната бария и обработке этих порошков в гидротермальных условиях в автоклаве массоперенос осуществляется по схожим механизмам, получившим название растворение-осаждение.

3. Метод холодного спекания позволяет сохранить фазовую однородность и высокоэнтропийную структуру керамики составов $(MnFeCoNiCu)_3O_4$ и $(MnFeCoNiZn)_3O_4$.

По данному положению в работе имеется экспериментальное подтверждение применимости метода холодного спекания для изготовления образцов керамики из соответствующих оксидов с сохранением высокоэнтропийной структуры и высокими магнитными свойствами, характерными для ферритных материалов.

Кроме того, обоснованность научных положений, выводов и результатов, сформулированных в работе, подтверждается:

- обширными экспериментальными исследованиями в лабораторных условиях;
- корректной обработкой экспериментальных данных;
- апробацией результатов диссертационных исследований на международных и всероссийских научных конференциях;
- публикацией основных результатов в ведущих научно-технических зарубежных и отечественных изданиях, индексируемых в международных и российских системах цитирования;
- сформулированными целью и задачами работы, определяющих научно-исследовательский процесс и формирование научных положений.

Достоверность и новизна научных положений, выводов и результатов диссертационной работы

Достоверность результатов диссертации подтверждается корректной постановкой задач исследований, применением современных методов исследований, результатами теоретических и лабораторных исследований, проведенными автором с применением современного измерительного и испытательного оборудования, использованием современных математических методов обработки экспериментальных данных, успешными производственными испытаниями в АО «НПП «Исток» им. Шокина».

В работе получен ряд новых научных результатов, из которых наиболее важными являются:

1. Установлено сходство механизмов процессов, происходящих при гидротермальной обработке порошков оксидов в автоклаве в присутствии активирующей добавки, и процессов формирования структуры керамики из тех же порошков с добавками путем холодного спекания;
2. Впервые установлена зависимость изменения среднего размера зерен и относительной плотности керамики из ZnO от действия трех факторов: природы активирующей добавки, способа введения добавки и уплотнения зазора пресс-формы при неизменных режимах холодного спекания (температура, давление, продолжительность изотермической выдержки);
3. Впервые выявлено влияние уплотнения зазора пресс-формы на

микроструктуру и относительную диэлектрическую проницаемость керамики из BaTiO_3 , изготовленной холодным спеканием;

4. Установлено влияние природы активирующей добавки и режимов холодного спекания на относительную плотность, фазовый состав и магнитные свойства высокоэнтропийной керамики из $(\text{MnFeCoNiCu})_3\text{O}_4$ и $(\text{MnFeCoNiZn})_3\text{O}_4$.

Замечания по диссертации

В качестве замечаний к диссертационной работе можно выделить следующие:

1. В работе отсутствуют результаты измерения механических свойств. Было бы хорошо привести данные о пределах прочности образцов при сжатии или трехточечном изгибе.

2. Не у всех образцов керамики из титаната бария измерено значение относительной диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь. Кроме того, у некоторых образцов керамики тангенс угла диэлектрических потерь достигает значения 0,42, что на порядок выше значений, характерных для данного материала.

3. Зависимости влияния содержания активирующих добавок при холодном спекании оксида цинка строятся на трех вариантах содержаний каждого из активаторов, что недостаточно для корректной оценки. Нужно было бы провести исследование хотя бы на пяти вариантах содержаний. Отсутствуют доверительные интервалы.

4. Не очень понятно, чем обусловлен выбор механического давления при холодном спекании оксида цинка, титаната бария и высокоэнтропийных оксидов.

5. В работе не приведены чертежи уплотнительных колец из меди или тефлона, влияющих на результат холодного спекания. Есть ли какие-нибудь особенности конструкции?

Заключение

Структура и содержание диссертации Корнишина Максима Витальевича соответствует цели и задачам исследования. В целом диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой изложен новый научно обоснованный подход по подбору режимов и условий холодного спекания при изготовлении керамики на примере оксида цинка, титаната бария и высокоэнтропийных оксидов. Научные положения и выводы, сформулированные автором, не вызывают сомнений. Результаты

диссертационной работы оригинальны, достоверны, отличаются научной новизной и практической ценностью. Большая часть результатов отражена в публикациях и апробирована на международных и всероссийских конференциях.

Автореферат в полной мере отражает содержание диссертации.

По научному уровню, полученным результатам, содержанию и оформлению диссертация соответствует всем требованиям п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утверждённого Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, соответствует паспорту научной специальности, а ее автор Корнишин Максим Витальевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Официальный оппонент

Доктор технических наук, доцент, главный научный сотрудник кафедры высокоеффективных технологий и обработки Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования "Московский государственный технологический университет "СТАНКИН"

14 января 2025 г.

тел. +7 920 647 30 90

e-mail: sakusmanov@yandex.ru

Кусманов Сергей Александрович



Адрес организации: 127055, г. Москва, переулок Вадковский, дом 3А

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Московский государственный технологический университет «СТАНКИН» (ФГБОУ ВО "МГТУ «СТАНКИН»")

Контактный телефон: +7 (499) 973-30-66; +7 (499) 972-94-00

Адрес электронной почты: rector@stankin.ru

Я, Кусманов Сергей Александрович, даю свое согласие на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета 24.2.410.02, и их дальнейшую обработку.

Подпись руки *Кусманова С.А.* удостоверяю
УД ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН»
Главный инженер
Корнишин М.В. 19.01.2025