

## ВІДГУК

офіційного опонента Пісчанської Вікторії Вікторівни  
на дисертаційну роботу Кислиці Максима Валерійовича  
«Наноконпозиційний матеріал на основі  $Al_2O_3$  інструментального призначення,  
отриманий методом електроконсолідації», представлену на здобуття наукового  
ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю  
05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів

**Актуальність теми.** Для сучасного матеріалознавства в галузі функціональних керамічних матеріалів, зокрема, матеріалів для обробки чорних металів і сплавів, провідним напрямком є створення технології виготовлення ефективної високоміцної та зносостійкої кераміки нового покоління з комплексом заданих фізико-механічних і експлуатаційних характеристик.

До перспективних видів кераміки інструментального призначення відносяться наноконпозиційні матеріали для виготовлення яких використовуються оксиди з субмікронними розмірами зерен та карбідвміщуючі наноматеріали. Але складність процесів формування та спікання композитів стримує реалізацію технології виготовлення високощільної нанокераміки зі стабільними показниками властивостей і високим експлуатаційним ресурсом. Тому вирішення проблем щодо розробки технології виготовлення наноконпозиційного матеріалу системи  $Al_2O_3 - SiC$  є актуальною науково-практичною задачею.

Підтвердженням актуальності теми дисертаційної роботи є її зв'язок з науковими програмами, планами і темами: дисертаційна робота виконувалась на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технології виготовлення матеріалів Українського державного університету залізничного транспорту та кафедрі фізики низьких температур Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна в рамках виконання держбюджетних НДР МОН України «Дослідження і розробка з проблем підвищення обороноздатності і безпеки держави» (ДР №0116U00554); «Еволюція властивостей матеріалів поліфункціонального призначення під впливом екстремальних зовнішніх чинників» (ДР №0116U000827); «Дослідження процесів у наноконпозитних і діелектричних матеріалах при їх створенні та під впливом екстремальних факторів» (ДР №0117U004857), в яких здобувач був виконавцем окремих етапів.

**Наукова новизна отриманих результатів.** В роботі науково обґрунтовано та експериментально доведено можливість отримання наноконпозиційної кераміки із композиційних сумішей на основі порошку мікродисперсного оксиду алюмінію і зміцнюючої складової – нанодисперсного карбіду кремнію за методом електроконсолідації. Вперше виявлено в процесі ущільнення при електроконсолідації сумішей з дисперсністю мікро-нано відхилення від відомих часових залежностей лінійної усадки в інтервалі температурах 1400 – 1450 °С та визначено вплив нанодисперсного карбіду кремнію на інтенсифікацію процесів консолідації та ущільнення композиту. Вперше досліджені теплофізичні властивості композиційних матеріалів для обробки чорних металів і сплавів у широкому інтервалі температур та проведено оцінку впливу параметрів консолідації на змінення мікроструктури і величину коефіцієнта теплопровідності матеріалу системи  $Al_2O_3 - SiC$ . Для оцінки наноконпозиційного матеріалу інструментального призначення за механічними та теплофізичними характеристиками вперше використано комбінований параметр Віглі, що дозволяє прогнозувати поведінку матеріалу в умовах експлуатації.

**Практичне значення одержаних результатів** полягає у розробці наноконпозиційного керамічного матеріалу на основі системи  $Al_2O_3 - SiC$  для використання в якості ріжучого і конструкційного матеріалу в умовах високих температур та механічних навантажень. Високі експлуатаційні властивості наноконпозиційного керамічного матеріалу підтверджені результатами випробувань при заточуванні термооброблених сталей марки ХВГ та ШХ15 в умовах ТОВ «Керамтех ЛТД» (м. Київ) і ТОВ «ТТ» (м. Харків).

Наукова і технічна новизна розробок здобувача підтверджена 3 патентами України: на винахід №117981 «Композиційний матеріал з добавкою карбіду кремнію з високими термомеханічними властивостями» і №118974 «Композиційний керамічний матеріал  $SiC-Al_2O_3-ZrO_2$  та спосіб його отримання»; на корисну модель №121894 «Композиційний матеріал з добавкою карбіду кремнію з високими термомеханічними властивостями».

Результати технологічних та теоретичних розробок, які отримані у ході виконання дисертаційної роботи, впроваджено у навчальний процес на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технологій виготовлення матеріалів Українського державного університету залізничного транспорту.

**Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації** підтверджується результатами

теоретичних та експериментальних досліджень, які отримано з використанням достовірних взаємодоповнюючих сучасних методів фізико-хімічних досліджень: енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії, рентгенофазового аналізу, електронної мікроскопії та методу фізико-механічного аналізу мікротвердості та тріщиностійкості, методик визначення показників властивостей експериментальних зразків, методів математичного планування експерименту та методів математичної обробки даних. Достовірність результатів досліджень забезпечена застосуванням сучасних методів та приладів проведення наукових досліджень, позитивними результатами експлуатаційних випробувань наноконпозиційного керамічного матеріалу.

**Повнота викладення результатів досліджень в опублікованих працях та оцінка змісту автореферату.** Результати проведеної роботи опубліковано у 23 наукових публікаціях, з них: 12 статей у наукових фахових виданнях (6 статей у фахових періодичних виданнях, що індексуються в наукометричній базі Scopus, 1 стаття у іноземному періодичному фаховому виданні), 3 патенти України (2 – на винахід, 1 – корисну модель), 8 – у матеріалах конференцій.

Зміст автореферату повністю відповідає змісту дисертаційної роботи та основним положенням дисертації і достатньо повно відображає основні її наукові результати, що отримані здобувачем.

**Оцінка змісту роботи.** Дисертаційна робота складається із анотації двома мовами, вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків. Загальний обсяг дисертації становить 161 сторінок; з них 42 рисунки за текстом; 24 рисунки на 14 окремих сторінках; 17 таблиць в тексті; 1 таблиця на 1 сторінці; список використаних джерел з 170 найменувань на 17 сторінках, 3 додатки на 9 сторінках.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, сформульовано мету, завдання досліджень і методи проведення досліджень, викладено наукову новизну отриманих результатів та їх практичне значення, означено особистий внесок здобувача, наведено відомості щодо апробації роботи та надано загальну характеристику дисертаційної роботи.

**Перший розділ** присвячено огляду науково-технічної літератури щодо особливостей структури і властивостей наноматеріалів, технологічних параметрів процесу змішування нанопорошків внаслідок їх схильності до сегрегації та методів деагломерації, розглянуто теоретичні аспекти процесів спікання керамічних матеріалів та інноваційні методи компактування – методи

електроконсолідації. В розділі розглянуто основні види керамічних матеріалів та галузі їх застосування, зокрема, зосереджено увагу на видах інструментальної кераміки, яка призначена для виготовлення ріжучих інструментів. Наведено основні фізико-технічні показники властивостей різних видів інструментальної кераміки, особливості умов застосування та вимоги до їх експлуатаційних властивостей. На підставі аналізу властивостей кераміки на основі оксиду алюмінію, порівняння значень швидкостей різання при точінні різних видів чавуну та сталі інструментом з кераміки або з твердого сплаву, розгляду процесів теплоутворення і переносу тепла при механічній обробці матеріалів керамічним інструментом у взаємозв'язку з експлуатаційними властивостями кераміки визначено основні напрямки та задачі досліджень.

У другому розділі наведено характеристики вихідних матеріалів та методика приготування сумішей шихтових матеріалів, наведено схему установки електроконсолідації та описано комплекс контрольно-вимірювальних пристроїв, які фіксують тиск пресування, температуру, час та усадку; надано інформацію щодо методів досліджень і приладів, які призначено для дослідження структури, фізико-механічних властивостей нанокompозитів; описано методи моделювання теплових процесів при електроконсолідації, комп'ютерна реалізація математичної моделі та алгоритм обробки результатів повного факторного експерименту.

Третій розділ присвячено дослідженню впливу параметрів електроконсолідації на процеси спікання сумішей, що містять нанодисперсні порошки оксиду алюмінію та карбіду кремнію. На підставі досліджень часової залежності відносної лінійної усадки ( $dL/L_0$ ) та її швидкості ( $V_{shr}$ ) при електроконсолідації шихти, що містить 85 % мікродисперсного порошку оксиду алюмінію і 15 % нанодисперсного карбіду кремнію, для температур спікання 1600 °C і 1700 °C (зразки As15-6 і As15-7 відповідно) встановлено наявність аномальної нелінійності кривої усадки на початковому етапі спікання матеріалу – до температур 1400 – 1450 °C та значної швидкості усадочних явищ у порівнянні з шихтою складеною із зерен мікронних розмірів (мікро-мікро). Встановлений факт пояснюється механізмом ущільнення шихти за рахунок перегрупування частинок матеріалу, який змінюється масо переносом у наслідок поверхневої і міжзеренної дифузії та свідчить про визначальний вплив нанопорошку на інтенсифікацію процесів консолідації та ущільнення композиту. Подальше вивчення механізму процесів спікання композитів на основі відомого кінетичного рівняння дозволило автору шляхом апроксимації

тимчасової залежності лінійної усадки при компактуванні в умовах максимальних температур 1600 °С і 1700 °С встановити вплив переважного механізму спікання на змінення лінійної усадки у відповідності до часу компактування. В розділі здобувачем викладено результати досліджень щодо впливу температури електроконсолідації зразків (1600 °С, 1700 °С і 1800 °С), які виготовленого із шихт з вмістом 50 % і 80 % нанопорошку карбиду кремнію і нанопорошків оксиду алюмінію і діоксиду цирконію, на їх фазовий склад, що дозволило визначити можливість отримання щільної кераміки при більш низьких температурах спікання, та за умов уникнення хімічних реакцій з виділенням газоподібної фази. Подальшими дослідженнями визначено вплив дисперсності частинок карбиду кремнію на мікроструктуру композитів з різною температурою спікання при підвищенні часу витримки від 3 до 10 хвилин. За результатами визначення закономірностей впливу температури спікання в інтервалі температур 1400 – 1700 °С на щільність композитів з вмістом карбиду кремнію від 0 % до 50 % встановлено, що зі зростанням кількості карбиду кремнію щільність композитів знижується внаслідок утворення газової фази. При цьому встановлено неоднозначність змінення мікротвердості та тріщиностійкості зразків і визначені залежності дозволили обрати раціональний склад шихти, максимальну температуру спікання та тривалість витримки при електроконсолідації.

На підставі проведених досліджень запропоновано математичні залежності коефіцієнтів мікротвердості  $H_V(T, x)$  і тріщиностійкості  $K_{IC}(T, x)$  від температури спікання  $T$  і вмісту добавки  $\text{SiC-}x$  та раціональний склад композиційної суміші, що містить 85 % мікродисперсного оксиду алюмінію та 15 % нанодисперсного карбиду кремнію; науково обґрунтовано параметри процесу електроконсолідації (температура спікання 1600 °С, час витримки 3 хв.), які забезпечують отримання нанокомпозиту з високими значеннями мікротвердості –  $H_V = 25.0$  ГПа і тріщиностійкості –  $K_{IC} = 6.5$  МПа·м<sup>1/2</sup>.

**Четвертий розділ** присвячено дослідженню теплофізичних властивостей нанокомпозитів, визначено температурні залежності теплопровідності композиційних матеріалів отриманих при різних температурах спікання та встановлено, що збільшення температури спікання при електроконсолідації матеріалу з 1400 °С до 1700 °С призводить до зростання величини коефіцієнта теплопровідності. Досліджено динаміку розподілу теплових полів в об'ємі установки електроконсолідації та встановлено, що градієнт температури в зоні

пресування не перевищує 2 % на ізотермічній стадії спікання і не впливає на однорідність і властивості композиту.

У п'ятому розділі запропоновано технологічну схему виробництва ріжучих пластин з розробленого і виготовленого нанокерамічного матеріалу та проведено дослідження зносостійкості виробів при точінні різних сталей за різними режимами. Досліджено мікроструктуру нанокompозиту після експлуатації та підставі порівняння з фізико-механічними властивостями кераміки :оксидною керамікою ВО-13, оксидно-карбідної керамікою (ВОК-60, ВОК-71) і оксидно-нітридною керамікою ОНТ-20 встановлено, що отриманий матеріал забезпечує підвищення у 2 рази швидкості чистової і напівчистової обробки в порівнянні з пластинами з оксидної і оксидно-карбідної ріжучої кераміки, а за термомеханічними властивостями в 4 рази перевершує швидкорізальні сталі вітчизняного виробництва і в 2 рази – сучасні ріжучі матеріали на основі  $Al_2O_3$  закордонних виробників.

Сформульовані в роботі **висновки** відповідають змісту проведених досліджень та тексту дисертаційної роботи, відбивають основні наукові результати роботи та визначають наукову значущість отриманих здобувачем результатів.

**Перелік використаних літературних джерел** містить наукові роботи, присвячені питанням, які вирішувались у дисертаційній роботі.

У **додатках** наведено експлуатаційних випробувань розробленого нанокompозиційного матеріалу та список публікацій за темою роботи.

#### **Зауваження та питання до дисертаційної роботи.**

1. Результати досліджень фазового складу порошку карбіду кремнію з використанням рентгенофазового аналізу і Раманівської спектроскопії (розділ 3, стор. 79) було б доцільно привести у розділі 2 (п. 2.1) та навести відомості щодо характеристик і виробника субмікронних порошоків карбіду кремнію.
2. За даними таблиці 3.1 (стор. 69) щодо складів композиційних матеріалів залишається незрозумілим який вміст оксиду цирконію у складі з шифром *azs80-7*?
3. Чим пояснюється незначне змінення речовинного складу сумішей (таблиця 3.2, стор. 80)?
4. На дифрактограмі зразків кераміки, що виготовлено з нанопорошків – зразки *as50-7*, *as80-8* і *azs80-7* (рисунок 3.11, стор. 82) відсутні позначки фаз, яким відповідають дифракційні максимуми.

5. Як пояснити механізм утворення  $\text{SiO}_2$  різних модифікацій (рисунок 3.13, стор. 84), і за рахунок яких процесів утворюється склофаза, присутність якої визначає рідкофазне спікання композиту?
6. На рисунку 4.1 (стор. 101) відсутні позначки на шкалі температури і теплоопору; на рисунку 4.2 (стор. 104) шкала температури відповідає градусам Кельвіна. Як пояснити вибір діапазону температур визначення коефіцієнту теплопровідності: від  $-260^\circ\text{C}$  до  $20^\circ\text{C}$ .
7. Як змінюється коефіцієнт теплопровідності наноконпозиційного матеріалу в зоні різання при температурах до  $1000 - 1100^\circ\text{C}$ ?

**Загальна оцінка дисертації.** Дисертаційна робота Кислиці Максима Валерійовича є завершеною науково-дослідною роботою, яка вирішує науково-практичну задачу щодо створення нового наноконпозиційного матеріалу на основі  $\text{Al}_2\text{O}_3$  інструментального призначення з покращеними фізико-технічними властивостями та високим експлуатаційним ресурсом. Дисертаційна робота повністю відповідає паспорту спеціальності 05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів.

За актуальністю, ступенем обґрунтованості наукових положень, достовірністю, науковою новизною, рівнем одержаних результатів, теоретичною та практичною цінністю, висновками, сформульованими в дисертації, повнотою їх викладення в опублікованих працях, дисертаційна робота відповідає вимогам п.п. 9, 11, 12 «Порядку присудження наукових ступенів» затвердженого постановою Кабінету Міністрів України № 567 від 24 липня 2013р., а здобувач Кислиця Максим Валерійович, заслуговує присудження наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів.

Офіційний опонент, кандидат технічних наук, доцент кафедри металургійного палива та вогнетривів Національної металургійної академії України

Пісчанська В.В.

Особистий підпис к.т.н., доцента Пісчанської В.В. засвідчую:

Вчений секретар  
Національної металургійної академії  
України, к.т.н., проф.



Потап О.Ю.