

Голові разової спеціалізованої вченої ради Інституту монокристалів НАН України, докторці технічних наук, старшій науковій співробітниці відділу нелінійно-оптичних кристалів Інституту монокристалів НАН України Безкровній Ользі Миколаївні

ВІДГУК

Завідувача кафедри високотемпературних матеріалів та порошкової металургії Навчально-наукового інституту матеріалознавства та зварювання імені Є.О. Патона, доктора технічних наук, професора

Богомола Юрія Івановича

на дисертацію Балабанова Антона Едуардовича

«Процеси синтезу та властивості ІЧ-прозорої кераміки в системі $MgO-Y_2O_3$ »,

подану до захисту у разову спеціалізовану вчену раду Інституту монокристалів Національної академії наук України на здобуття наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 «Матеріалознавство» з галузі знань 13 «Механічна інженерія»

Актуальність обраної теми дисертації

Розробка нових прозорих матеріалів для сучасної інфрачервоної оптики є актуальним завданням, оскільки вони застосовуються у твердотільних лазерах, люмінофорах та як вікна технологічних апаратів здатних працювати в агресивних умовах.

В дисертаційній роботі розглянута система Y_2O_3-MgO , в якій можливо отримати три ІЧ-прозорих матеріали. Синтез оксиду магнію, складно реалізувати на практиці через високу температуру плавлення, а також високі значення парціального тиску насичених парів. У зв'язку з цим було запропоновано новий ІЧ-прозорий матеріал – композитну нанокераміку 50:50 об.% $MgO-Y_2O_3$, що складається із двох фаз, які не утворюють твердих розчинів. Високі механічні властивості такого матеріалу забезпечуються розмірним ефектом підвищення міцності при зниженні розміру зерна за рахунок пригнічення рекристалізації через зіткнення взаємно-нерозчинних фаз, а оптична якість в широкому діапазоні довжин хвиль реалізується шляхом використання матеріалів із кубічною структурою, що володіють широкими вікнами прозорості.

Стратегія синтезу полягає в контролі структурно-фазового стану матеріалів на всіх етапах консолідації, уникаючи формування центрів розсіювання світла, таких як пори, домішкові фази та включення. Традиційні методи синтезу не є ефективними для отримання ІЧ-прозорих керамік, через зростання розміру зерен до 100 мкм, тому використовуються неконсервативні методи консолідації, що пригнічують дифузійний масообмін. Комплексний підхід щодо структурного дизайну оксидних нанопорошків, оптимізації методів їх консолідації за рахунок використання домішок, що сприяють спіканню, а також визначення структурних особливостей та фізичних властивостей керамік здебільшого є невивченими. Тому розвиток фізико-технологічних основ синтезу цих матеріалів є вкрай актуальною науково-технічною задачею.

Загальна характеристика роботи та отриманих у ній результатів

Загальний обсяг кваліфікаційної наукової праці, що подана на рецензію, складає 170 сторінок, містить 79 рис., 4 табл., 118 посилань на літературні джерела та 1 додаток.

У першому розділі дисертаційної роботи наведено огляд літературних джерел, на основі яких показано сучасний стан досліджень у областях пов'язаних з отриманням прозорих середовищ для сучасної інфрачервоної оптики, а також особливості методу одержання низькоагломерованих порошків та консолідації інфрачервоної кераміки.

У другому розділі дисертаційної роботи описані експериментальні процедури отримання порошкових прекурсорів методом високоенергетичного помелу та гліцин-нітратним синтезом із подальшою консолідацією вакуумним та іскровим плазмовим спіканням. Також у розділі описані методи характеристики порошкових сумішей та отриманих з них керамік.

У третьому розділі дисертаційної роботи досліджуються структурно-морфологічні властивості вихідних порошків Y_2O_3 на активність порошкових сумішей до спікання. А також досліджено особливості формування твердих розчинів заміщення в системі $Y_2O_3-La_2O_3-Yb_2O_3$ на різних стадіях синтезу прозорої кераміки.

У четвертому розділі досліджено мезоструктуру порошкових компактів Y_2O_3 та вплив домішок на спікання та формування кераміки. Показано за якої температури доцільно проводити відпал компактів, при якій не відбувається спікання зі зближенням частинок. Досліджена комбінована домішка $La^{3+}+Zr^{4+}$, яка ефективно пригнічує рухливість границь зерен і активує дифузійний транспорт, що призводить до синтезу кераміки Y_2O_3 з високою прозорістю в видимому та ІЧ-діапазонах.

У п'ятому розділі дисертаційної роботи досліджено умови формування аморфних прекурсорів та нанопорошків методом самопоширюваного гліцин-нітратного синтезу для отримання композитних нанопорошків $MgO-Y_2O_3$ у співвідношенні 1:1 за об'ємом. Визначено температуру ($800^\circ C$), за якої волокна розпадаються на окремі ізольовані частинки квазісферичної морфології, які найбільш придатні для подальшого отримання керамік.

У шостому розділі досліджено вплив температури спікання на дифузійний масоперенос, фізичні властивості нанокompозитної кераміки $MgO-Y_2O_3$ та вплив на них домішки іонів Ho^{3+} . Методом іскрового плазмового спікання отримані нанокompозити $MgO-Y_2O_3$, з оптичною прозорістю в ІЧ-діапазоні. Легування

іонами Ho^{3+} активізує дифузійний масоперенос, збільшуючи коефіцієнт оптичного пропускання на 7% у порівнянні з нелегованою керамікою.

Висновки дисертаційної роботи повністю відповідають поставленій меті дослідження та змісту представлених результатів.

Значимість дослідження для науки і практики

Наукова новизна отриманих результатів ґрунтується на комплексному підході до процесів консолідації ІЧ-прозорих керамік (визначення структурного дизайну оксидних нанопорошків, оптимізація методів їх консолідації за рахунок використання домішок, що сприяють спіканню, а також визначення структурних особливостей та фізичних властивостей керамік).

- Досліджено закономірності формування твердих розчинів заміщення $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{La}^{3+}$ та визначено вплив комплексної домішки $\text{La}^{3+}+\text{Zr}^{4+}$, яка ефективно пригнічує рухливість границь зерен кераміки Y_2O_3 та одночасно активує дифузійний транспорт по розгалуженій системі міжзеренних меж. Отримано кераміки з високою прозорістю, 83% на довжині хвилі 5 мкм в результаті оптимізації температурно-часових режимів спікання.
- Реалізовано умови синтезу нанокompозитів 50:50 об.% $\text{MgO}-\text{Y}_2\text{O}_3$ методом іскрового плазмового спікання та досліджено легування іонами Ho^{3+} , як домішки, яка активує дифузійний масоперенос при отриманні кераміки $\text{MgO}-\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ (3-12 ат.%), що приводить до збільшення коефіцієнту оптичного пропускання кераміки $\text{MgO}-\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ (3 ат.%) на 7% у порівнянні з нелегованою.

Практичне значення отриманих результатів

В дисертаційній роботі Балабанова А.Е. реалізовано комплексний підхід до синтезу ІЧ-прозорої кераміки на всіх етапах спікання, зокрема оксиду ітрію, матеріалу для вікон технологічних апаратів для екстремальних умов експлуатації. Визначено режими отримання двофазних низькоагломерованих порошків $\text{Y}_2\text{O}_3-\text{MgO}$ методом гліцин-нітратного синтезу з послідуєчим прожарюванням. Оптимізовані технологічні режими формування композитних нанопорошків $\text{Y}_2\text{O}_3-\text{MgO}$ задовольняють умовам, які висуваються для подальшого синтезу оптичної кераміки (середній розмір частинок близько 40 нм). Реалізовано умови синтезу нанокompозитів 50:50 об.% $\text{MgO}-\text{Y}_2\text{O}_3$ методом

іскрового спікання нанопорошків, які дозволяють отримати оптичну прозорість кераміки у ІЧ-діапазоні довжин хвиль та визначено оптимальну концентрацію домішки іонів Ho^{3+} (3 ат.%), що сприяє спіканню композитної кераміки $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-MgO}$. Отримана кераміка має на 7% вищу оптичну прозорість у практично-значущому ІЧ-діапазоні довжин хвиль 3-5 мкм у порівнянні із нелегованою.

Отримані результати є практично корисними для застосування у інфрачервоній оптиці та у наукових дослідженнях пов'язаних з отриманням ІЧ-прозорих керамік.

Дискусійні положення та зауваження до дисертації

1. В тексті дисертації автор часто використовує термінологію «іскрове спікання» та «іскрове плазмове спікання». Не зовсім зрозуміло чи мається на увазі один і той же процес, чи різні?
2. По тексту дисертації зустрічаються графіки і рисунки з підписами англійською мовою (наприклад, рис. 1.6, 1.9, 1.10, 1.11, 1.12, 1.13, 1.15, тощо).
3. На стор. 105 автор стверджує, що «Оптичне пропускання керамік $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Yb}^{3+}$ збільшується зі зростанням температури спікання від 1750°C до 1800°C , а при подальшому збільшенні температури спікання дещо знижується». З чим може бути пов'язане зниження оптичного пропускання для зразків спечених при температурах вище 1800°C ?
4. На стор. 138 автор стверджує, що «найвищі значення 10,9 ГПа демонструють зразки, виготовлені при 1200°C . Це набагато вище, ніж у однофазної кераміки Y_2O_3 та MgO [12, 104, 110]». Чим це можна пояснити?
5. В дисертації з механічних властивостей досліджена тільки мікротвердість, хоча автор декілька разів згадує про міцність кераміки і необхідність її забезпечення.

Всі вказані зауваження не впливають на загальну позитивну оцінку роботи. Дисертаційна робота виконана на високому науковому рівні, всі завдання та мета роботи чітко сформульовані та досягнуті. Досягнуті в дисертаційній роботі результати є вагомими для розвитку матеріалознавства та отримання ІЧ-прозорих матеріалів. Дисертаційна робота Балабанова А.Е. відповідає вимогам необхідним для присудження ступеня доктора філософії.

Відсутність порушень академічної доброчесності

У дисертації та наукових публікаціях Балабанова Антона Едуардовича відсутні порушення академічної доброчесності.

Загальний висновок та оцінка дисертації.

Вважаю, що дисертаційна робота здобувача ступеня доктора філософії Балабанова Антона Едуардовича на тему «Процеси синтезу та властивості ІЧ-прозорої кераміки в системі $MgO-Y_2O_3$ » виконана на високому науковому рівні, не порушує принципів академічної доброчесності та є закінченим науковим дослідженням, сукупність теоретичних та практичних результатів якого розв'язує наукове завдання, що має істотне значення для Механічної інженерії. Дисертаційна робота за актуальністю, практичною цінністю та науковою новизною повністю відповідає вимогам чинного законодавства України, що передбачені в п. 6 - 9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44.

Здобувач Балабанов Антон Едуардович заслуговує на присудження ступеня доктора філософії в галузі знань 13 «Механічна інженерія» за спеціальністю 132 «Матеріалознавство».

Офіційний опонент,

завідувач кафедри високотемпературних

матеріалів та порошкової металургії

Навчально-наукового інституту

матеріалознавства та зварювання

імені Є.О. Патона,

Національного технічного університету

України "Київський політехнічний

інститут імені Ігоря Сікорського" МОН

України, д.т.н., професор



Юрій БОГОМОЛ