

УТВЕРЖДАЮ

ВРИО директора ФГБУН Института
механики им. Р.Р. Мавлютова УНЦ РАН
д.ф.м.н., профессор С.Ф. Урманчиев


«14» июня 2016 г.

Отзыв ведущей организации

– Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт механики имени Р.Р. Мавлютова Уфимского научного центра Российской академии наук на диссертационную работу Федосовой Натальи Алексеевны «Разработка и математическое моделирование процесса получения керамоматричного композита, армированного углеродными нанотрубками», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям 05.17.08 – «Процессы и аппараты химических технологий» и 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Актуальность диссертационного исследования

Керамические материалы в силу высокой термической и химической стойкости используются для изготовления деталей, подвергающихся воздействию высоких температур и вступающих с ними в контакт агрессивными химическими средами. Однако недостатком керамических материалов является их хрупкость, низкие значения таких характеристик, как трещиностойкость, прочность при использовании в условиях ударных нагрузок. Поэтому задача улучшения механических и физико-химических свойств керамических материалов за счет их модифицирования углеродными нанотрубками (УНТ) является актуальной.

Анализ структуры и содержания диссертации

Представленная диссертация Н.А. Федосовой изложена на 270 страницах печатного текста, состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 182 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и основные задачи, изложены научная новизна и практическая значимость, данные об апробации работы.

В главе 1 (стр. 16-66), представляющей обзор литературы, рассмотрены характеристики и свойства керамических материалов, оксида алюминия, углеродных нанотрубок, методы и способы диспергирования углеродных нанотрубок, методы и способы спекания керамических композитов. Изложены основные теории и модели процесса спекания. В результате анализа литературных данных установлено: 1) отсутствие переносимой технологии получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ на промышленный масштаб производства; 2) недостаточность исследований по средам диспергирования углеродных нанотрубок; 3) отсутствие работы по моделированию искрового плазменного спекания керамоматричного композита.

Осуществлена постановка задачи исследования диссертационной работы – определение оптимальных условий получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ с заданными свойствами на основе анализа экспериментальных данных и применения методов математического моделирования.

В главе 2 (стр. 67-130) описаны экспериментальные исследования по получению керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ, по поиску сред диспергирования УНТ, режимов спекания, сушки, спекания в вакууме и искровым плазменным методом. При этом было выявлено влияние свойств УНТ на характеристики композита, выбрана оптимальная среда для диспергирования УНТ – поливиниловый спирт. Осуществлен подбор концентраций УНТ для спекания в вакууме и искровым плазменным методом. Осуществлен подбор температурных режимов при спекании в вакууме (при концентрации УНТ < 10 об.%) и при искровом плазменном спекании (при концентрации УНТ 20 - 50 об.%) для получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ с высокими показателями механических и физико-химических свойств.

В главе 3 (стр. 131-175) разработана математическая модель процесса спекания в вакууме при получении керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ на основе построения нейросетевых комплексов, выявлены зависимости пористости, прочности на изгиб, времени определенной стадии нагрева, длительности промежуточных выдержек и количества УНТ. Определены оптимальное содержание УНТ – 5 об. % и оптимальный режим спекания в вакууме композита Al_2O_3 -УНТ с получением значения прочности на изгиб 497 МПа.

В главе 4 (стр. 176-229) разработана математическая модель процесса искрового плазменного спекания керамоматричного композита с содержанием УНТ (20 – 50 об. %) на основе уравнения баланса числа пор по размерам. Получены структуры движущих сил и потоков для двух стадий процесса спекания: стадии нагрева, стадии выдержки; определены кинетические параметры скорости изменения поры по размерам на этих стадиях. Проведены численные эксперименты по спеканию керамоматричного порошка Al_2O_3 -УНТ; установлена взаимосвязь между скоростью нагрева и содержанием УНТ в порошке для получения беспористого керамоматричного композита.

В главе 5 (стр. 230-249) на основе проведенных экспериментальных исследований и результатов вычислительных экспериментов, используя программное обеспечение пакета Honeywell Unisim, разработаны две технологические схемы получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ с содержанием УНТ – 5 об. % (со спеканием в вакууме) и с содержанием УНТ 30 об. % (с искровым плазменным спеканием) с производительностью 600 т/год.

Научная новизна

Научная новизна заключается в следующем:

1. Математическая модель процесса искрового плазменного спекания при получении керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ основывается на уравнении баланса числа пор по размерам – уравнении в частных производных первого порядка (уравнении Лиувилля). Аналогом этого уравнения в механике сплошных сред является уравнение неразрывности (а также левая часть этого

уравнения является аналогом левых частей уравнений диффузии и теплопроводности, записанных в дивергентном виде). Эти уравнения в расчетах большинством авторов аппроксимировались разностной схемой первого (второго) порядка по времени и первого порядка по координате, что требовало измельчения разностной сетки по координате для улучшения аппроксимации разностной схемы. В последнее время представителями школы А.А. Самарского была разработана разностная схема для аппроксимации указанного уравнения со вторым порядком по времени и вторым порядком по координате. Недостатком этой схемы является то, что она условно устойчива, то есть устойчива при выполнении определенных условий на отношение шагов $\Delta t/\Delta l$, что приводит к измельчению разностной сетки по времени для улучшения устойчивости разностной схемы.

Разработанная в диссертационной работе неявная разностная схема обладает вторым порядком аппроксимации по времени, вторым порядком аппроксимации по координате (размеру пор) и является абсолютной устойчивой, то есть не существует никаких ограничений на соотношение шагов $\Delta t/\Delta l$ для выполнения устойчивости разностной схемы. Этот результат является новым и важным для прикладной математики, поскольку разработана разностная схема для эффективного решения уравнений механики сплошных сред: 1) уравнения неразрывности, аппроксимирующая уравнение неразрывности со вторым порядком по всем переменным, 2) уравнений диффузии и теплопроводности (записанных в дивергентной форме), аппроксимирующая их со вторым порядком аппроксимации по всем переменным;

2. Впервые использована математическая модель на основе нейросетевого подхода для описания, исследования и оптимизации процесса вакуумного спекания при получении керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ.

3. На основе экспериментальных исследований и математического моделирования определены оптимальные условия получения керамоматричных композитов, обеспечивающие следующие свойства:

а) с содержанием УНТ – 5 об. % при спекании в вакууме: пористость < 0,1%, прочность на изгиб > 490 МПа, микротвердость > 19 ГПа, трещиностойкость > 4 МПа м^{1/2};

б) с содержанием УНТ – (20-50 об. %) при искровом плазменном спекании: пористость < 0,1%, прочность на изгиб (550-630) МПа, микротвердость (19,4-19,6) ГПа, трещиностойкость (6,2-7,2) МПа м^{1/2}, характеристики этих свойств значительно превышают характеристики свойств композитов на основе Al₂O₃, не модифицированных УНТ.

Значимость полученных результатов для теории и практики

Полученные диссертантом результаты являются значимыми как для теории, так и для практики процессов получения керамоматричных композитов Al₂O₃–УНТ.

С точки зрения теории значимыми являются результаты:

1) разработка математической модели и программного комплекса для прогнозирования режимов и свойств керамического композита Al₂O₃–УНТ (< 10 об. %), полученного спеканием в вакууме;

2) разработка математической модели и программного комплекса для прогнозирования режимов и свойств керамического композита Al₂O₃–УНТ (20 - 50 об. %) для искрового плазменного процесса спекания.

С точки зрения практического использования значимыми являются следующие результаты:

1) оптимальные режимы получения керамоматричного композита Al₂O₃–УНТ (3-5 об. %) путем спекания в вакууме;

2) оптимальные режимы получения керамоматричного композита Al₂O₃–УНТ (20-50 об. %) методом искрового плазменного спекания;

3) технологическая схема по получению керамоматричного композита Al₂O₃–УНТ (5 об. %) методом спекания в вакууме с производительностью 600 т/год;

4) технологическая схема по получению керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ (20-50 об. %) искровым плазменным спеканием с производительностью 600 т/год.

Рекомендации по использованию результатов

Результаты проведенных исследований и установленных режимов получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ имеют большие перспективы практического применения в различных областях науки и техники в качестве конструкционного материала для изготовления легких и прочных деталей в авиа- и космической промышленности, а также в качестве бронематериалов. Так, например, возможность применения в качестве ударопрочной брони обусловлена высокими показателями твердости, прочности, трещиностойкости, модуля упругости и низкой плотности.

Полученные теоретические результаты (разработки по созданию математических моделей) можно квалифицировать как создание теоретических основ для получения нанокompозитов на основе Al_2O_3 и УНТ. Результаты диссертации могут быть полезны при проведении научно-исследовательских работ в университетах, научных центрах по получению новых материалов с использованием нанотехнологий.

Степень достоверности и обоснованности результатов

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации Н.А. Федосовой, базируется на применении современных методов исследований, в том числе на методах механики гетерогенных и сплошных сред, применением разностных схем для решения уравнений в частных производных, методах нейросетевого программирования, на практических методах применения искрового плазменного спекания. Основные результаты не противоречат известным результатам работ отечественных и зарубежных ученых. Сопоставление результатов вычислительного эксперимента показывает их хорошую согласованность с результатами экспериментальных исследований.

Работа прошла апробацию на ряде конференций. По результатам исследований опубликовано 21 печатная работа, из них 6 работ опубликовано в журналах, рекомендуемых ВАК, а также получены: 1 патент, 1 авторское свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Замечания по работе

1. В главе 2 в процессе искрового плазменного спекания для содержаний УНТ (0; 20; 30) просматривается взаимосвязь между значением пористости композита и свойством – прочностью на изгиб. Везде при достижении меньшей пористости достигаются более высокие значения прочности на изгиб. При содержании 50 об. % УНТ эта взаимосвязь нарушается, в диссертационной работе этому результату объяснения не дано.

2. Из анализа результатов главы 3 непонятно, какие именно температурные режимы обеспечивают заданные свойства композитов?

3. Из работы не совсем ясно как определить оптимальную архитектуру простых однослойных нейронных сетей, которые будут составлять нейросетевой перцептронный комплекс, в частности, выбор количества внутренних (скрытых) слоев и нейронов в них в зависимости от методики получения керамоматричного композита Al_2O_3 -УНТ.

4. Для обучения и тестирования нейросетевых алгоритмов применялась исходная выборка экспериментальных данных с ограниченным набором содержания УНТ. Не произведено исследование разработанных нейросетевых алгоритмов при исходной выборке экспериментальных данных с содержанием УНТ более 25%.

5. В главе 4 непонятно почему было выбрано именно указанное начальное распределение пор по размерам?

6. Выбор оборудования в главе 5 для создания технологических схем проводился на основе расчета материальных балансов, без учета гидродинамических и тепловых явлений в аппаратах. В диссертационной работе не даны пояснения по этому поводу: насколько справедливы принятые допущения.

Общая характеристика работы и соответствие паспорту специальности

В целом, указанные замечания носят частый характер и не влияют на положительную оценку диссертационной работы, выполненной диссертантом самостоятельно на хорошем научно-техническом уровне. Оформление диссертационной работы соответствует требованиям ВАК при Минобрнауки РФ, работа изложена ясным, литературным языком, хорошо структурирована, хорошо проиллюстрирована, содержит большой объем выполненных исследований.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации, актуальность темы, новизну, практическую значимость и личный вклад автора в проведенное исследование.

Тематика исследования диссертационной работы, используемые методы и подходы, области приложения полученных результатов и общая направленность работы подтверждают ее соответствие паспортам специальностей: 1) 05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий; 2) 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов по разделам:

1) по специальности 05.17.08:

«**Фундаментальные разработки в изучении явлений переноса энергии и массы в технологических аппаратах**»; «**Способы, приемы и методология исследования гидродинамики движения жидкости, газов, перемещения сыпучих материалов, исследование тепловых процессов в технологических аппаратах и технологических схемах, исследования массообменных процессов и аппаратов**»; «**Методы изучения, расчета, интенсификации, оптимизации и разработки механических процессов подготовки сырья: процессы измельчения и распределения твердых веществ, процессы формования, процессы смешения веществ**»;

1) по специальности 05.17.11:

объект исследований:

«— по особенностям технологии, строению и функциональному назначению – вяжущие, керамика, огнеупоры, стеклянные и

стеклокристаллические материалы, композиционные материалы на основе СиТНМ (полимерминеральные, керметы, армированные стекла, армированные бетоны, композиционные керамические, нано-композиционные, функционально-градиентные материалы и др.);

– по размерным параметрам – наноразмерные, порошковые, волокна, пленки, покрытия, объемные (монолитные) материалы

«Физико-химические принципы технологии материалов и изделий из СиТНМ, включают стадии подготовки исходных материалов, смешивания и гомогенизации компонентов, формования заготовок или изделий, их упрочнения, высокотемпературных процессов, обработки материалов и изделий для придания им требуемых свойств, формы и размеров».

области исследований:


Физико-химические основы технологии и свойства материалов и изделий:

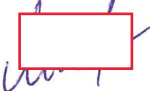
«Керамические и огнеупорные материалы и изделия на их основе. Получение исходных материалов, в том числе порошков с требуемой структурой (химическим и фазовым составом, формой частиц, размером, распределением по размеру); смешивание компонентов; формование заготовок; процессы обжига и спекания; послеобжиговая обработка для придания требуемых свойств»

Заключение

На основании изложенного, ведущая организация считает, что диссертация на тему «Разработка и математическое моделирование процесса получения керамоматричного композита, армированного углеродными нанотрубками» является законченной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней» (утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842), а ее автор, **Наталья Алексеевна Федосова, заслуживает присуждения ей степени кандидата технических наук по специальностям 05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий; 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.**

Диссертационная работа Н.А. Федосовой была обсуждена, а отзыв заслушан и одобрен на заседании Ученого совета ИМех УНЦ РАН, протокол № 6 от 14 июня 2016 г.

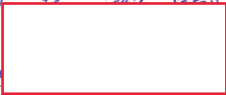
Главный научный сотрудник
лаборатории механики многофазных систем
ИМех УНЦ РАН, доктор физ.-мат. наук  Р.Х. Болотнова

Старший научный сотрудник
лаборатории робототехники и управления
в технических системах ИМех УНЦ РАН,
кандидат технических наук  А.Б. Мигранов

Отзыв составили:

Болотнова Раиса Хакимовна,
доктор физико-математических наук,
специальность 01.02.05 – механика жидкости, газа и плазмы,
главный научный сотрудник
лаборатории «Механика многофазных систем»
ФГБУН Институт механики им. Р.Р. Мавлютова
Уфимского научного центра Российской академии наук,
адрес: 450054, г. Уфа, Проспект Октября, 71
тел. +7-347-2355255
e-mail: bolotnova@anrb.ru

Мигранов Айрат Барисович,
кандидат технических наук,
специальность 05.13.06 – автоматизация и управление
технологическими процессами и производствами (промышленность),
старший научный сотрудник
лаборатории «Робототехника и управление
в технических системах» ФГБУН Институт механики
им. Р.Р. Мавлютова Уфимского научного центра
Российской академии наук,
адрес: 450054, г. Уфа, Проспект Октября, 71
тел. +7-347-2355255
e-mail: abm.imech.anrb@mail.ru

Подписи Р.Х. Болотновой и А.Б. Мигранова заверяю:
ученый секретарь ИМех УНЦ РАН,
кандидат физ.-мат. наук, доцент 

М.Н. Галимзянов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт механики им. Р.Р. Мавлютова Уфимского научного центра Российской академии наук
Адрес: Россия, 450054, г. Уфа, Проспект Октября, 71
Тел.: +7 (347) 235-52-55
Факс: +7 (347) 235-52-55
E-mail: imran@anrb.ru
Официальный сайт: <http://ru.uimech.org/>