

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук,
доктор технических наук
Кручинина Ирина Юрьевна



« 15 » июля 2022 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу
Вандрай Светланы Николаевны на тему «Разработка радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов»

Актуальность темы исследования

Радиопрозрачные стеклокристаллические материалы кордиеритового состава, получаемые по традиционной стекольной технологии, обладают хорошим уровнем механических и теплофизических свойств и стабильными в широком диапазоне температур диэлектрическими характеристиками.

Изготовление этих материалов и изделий из них по традиционной стекольной технологии связано с существенными техническими сложностями, а производственная база для реализации стекольной технологии в РФ отсутствует. В связи с этим очевидной становится необходимость разработки других, в том числе керамических, технологий получения кордиеритовых стеклокристаллических материалов.

Актуальной задачей является разработка подходов и способов, позволяющих реализовать керамическую технологию получения стеклокристаллического материала кордиеритового состава, с применением метода шликерного литья из водных высококонцентрированных керамических вяжущих суспензий (ВКВС) ситаллообразующего магнийалюмосиликатного стекла (МАС).

Научная новизна исследований и полученных результатов

В работе проведены исследования, в ходе которых был использован нестандартный подход к решению вопроса снижения водопоглощения основной системы при получении высококонцентрированных керамических вяжущих суспензий методом измельчения в водной среде магнийалюмосиликатного стекла, состоящий в использовании диспергирующих добавок в виде натриевых солей полиакриловой кислоты непосредственно на стадии помола.

Среди полученных новых научных результатов следует отметить следующее:

- установлено, что получение водных ВКВС на основе МАС стекла, являющегося основным материалом и обладающим низким значением ИП катионов, возможно при измельчении МАС стекла в водной среде в присутствии диспергирующих добавок в виде натриевых солей полиакриловой кислоты (ПАН). При этом молекулы ПАН, адсорбируясь на

вновь создаваемых при измельчении поверхностях частиц твердой фазы суспензии, снижают их активность по отношению к воде, а также увеличивают их гидродинамический объем и препятствуют агломерированию, за счет чего улучшаются литейные свойства ВКВС.

- выявлено, что эффект диспергирования нарастает с увеличением длины углеводородной цепи молекул ПАН за счет увеличения толщины сольватной оболочки вокруг частиц МАС стекла в ВКВС. При этом объемная доля твердой фазы суспензий увеличивается до значений $C_v \geq 0,70$, что способствует получению сырца-полуфабриката материала с более высокой кажущейся плотностью и меньшей пористостью.

- выявлены особенности процессов спекания и кристаллизации, осуществляемые в едином процессе термической обработки, заключающиеся в том, что наиболее интенсивно образование зародышей кристаллизации и рост кристаллов протекают на поверхности отдельных частиц, что объясняется высокой дефектностью их поверхности, созданной в результате измельчения стекла, а за счет массопереноса в места контактов частиц происходит спекание и уплотнение материала до плотности, равной не менее 98% от теоретической, и открытой пористости, близкой к нулю.

Практическая значимость исследований и полученных результатов:

- разработана технология получения водных ВКВС на основе МАС стекла путем одностадийного мокрого измельчения и стабилизации механическим перемешиванием с применением солей полиакриловой кислоты в качестве диспергирующих добавок (Патент № 2566840 RU от 19.05.2014, Патент № 2582146 RU от 24.12.2014)

- установлены и оптимизированы технологические параметры помолов МАС стекла, стабилизации ВКВС и термической обработки сырца-полуфабриката, обеспечивающие получение беспористого СКМ кордиеритового состава (Патент № 2619570 RU от 05.02.2016).

- разработана технология получения радиопрозрачного СКМ кордиеритового состава методом шликерного литья из водных ВКВС с последующим спеканием и кристаллизацией.

- впервые методами керамической технологии получен высокотемпературный радиопрозрачный СКМ на основе кордиерита, с близким к нулю водопоглощением и высоким уровнем прочностных и диэлектрических свойств, не уступающий известным ситаллам аналогичного состава.

- в производственных условиях АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» изготовлены и испытаны образцы кордиеритовой стеклокерамики, получены справочные данные по свойствам и разработаны технические условия ТУ 1-596-493-2012 «Стеклокерамика ОТМ-361».

Степень обоснованности и достоверности

Надежность и достоверность полученных результатов основана на статистической значимости экспериментальных данных, полученных с применением взаимодополняющих современных инструментальных методов исследования, большим объемом полученных экспериментальных данных.

Публикации по результатам работы

Основные результаты диссертации достаточно полно отражены в четырех статьях в рецензируемых научных изданиях, включенных в перечень ВАК, трех патентах на изобретение, доложены и обсуждены на восьми всероссийских и международных научно-практических конференциях.

Замечания по тексту диссертации и автореферата следующие:

1. Чем был обусловлен выбор добавок, в виде полиакрилата натрия и полиакрилата аммония при измельчении магнийалюмосиликатного стекла в водной среде? Какие еще добавки существуют?
2. Как изменился состав магнийалюмосиликатного стекла в процентном соотношении после размола и термообработки?
3. Необходимо уточнить режим термической обработки на первой стадии при 850 °С. Какова скорость нагрева? Нагрев осуществлялся от комнатной температуры до 850 °С? Какой режим двухстадийной термической обработки является оптимальным? Что дает выдержка 0 часов при 1090, 1200, 1250, 1300, 1315, 1330, 1340, 1350 °С? Выдержка 0 часов приданных температурах означает, что термическая обработка была одностадийной (при 850 °С, 3 ч)?
4. Микроструктура синтезированного материала по СЭМ изображениям плохо "читается" в автореферате из-за неразличимой масштабной линейки.
5. В автореферате при описании четвертой главы приводится описание наблюдаемых кристаллических фаз в зависимости от режима термической обработки, но дифрактограммы (по данным РФА) не приведены. Как меняются параметры решетки обнаруженных кристаллических фаз в зависимости от режима термической обработки синтезируемого материала?
6. Как определялась доля твердой фазы в суспензии?
7. С ростом длины ПАВ аниона уменьшается диспергируемость, связано ли это с гидратной оболочкой? За счет чего происходит изменение гидратной оболочки вокруг частиц стекла в суспензии, какой механизм?
8. Не совсем корректно названа работа «Разработка радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава», какие свойства характеризуют радиопрозрачность?
9. Какой используется метод для определения эффективной вязкости?

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации, а лишь уточняют и дополняют отдельные положения или являются пожеланиями для дальнейшей работы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация Вандрай Светланы Николаевны «Разработка радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава» является самостоятельной завершенной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная научная и практическая задача, связанная с разработкой нового материала. Тема диссертации полностью соответствует специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, удовлетворяет всем требованиям ВАК РФ, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, и рекомендуется к защите по специальности 2.6.14 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Диссертационная работа Вандрай С.Н. рассмотрена и обсуждена на совместном заседании научно-методических советов ИХС РАН «Исследования в области наночастиц, наноматериалов и нанокомпозитов на основе оксидных и гидроксидных соединений» и «Разработка новых принципов и методов создания новых материалов и химических продуктов с улучшенными свойствами (стекло и стекломатериалы, керамика, защитные и функциональные покрытия);

химическая энергетика и экология». Протокол заседания № 10 от «07» июля 2022. г, на заседании присутствовало 18 человек, участники научно-методического совета отметили общую положительную оценку работы и практическую значимость работы.

Отзыв составил:

заместитель директора по научной работе ИХС РАН,

к.х.н. Наталья Геральдовна Тюрнина

02.00.04 – Физическая химия

Тел. (812) 325-28-96, E-mail: turnina.ng@iscras.ru

старший научный сотрудник лаборатории кремнийорганических соединений и материалов ИХС РАН,

к.х.н. Зоя Геральдовна Тюрнина

02.00.04 – Физическая химия

Тел. (812) 325-28-96, E-mail: turnina.zg@iscras.ru

старший научный сотрудник лаборатории физико-химического конструирования и синтеза функциональных материалов ИХС РАН,

к.х.н. Ольга Юрьевна Синельщикова

02.00.04 – Физическая химия

Тел. (812)328-85-94, E-mail: sinelshikova@mail.ru

Подпись Н.Г. Тюрниной, З.Г. Тюрниной и О.Ю. Синельщиковой заверяю

Синельщикова

по упр. персоналом



Александр В.В.

Данные о ведущей организации: ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН (ИХС РАН)

199034, Санкт-Петербург наб. Макарова, д. 2, тел. +7(812)328-07-02,

эл. почта: ichsran@isc.nw.ru