

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.078.04
на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)
ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА
ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК
аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 29 сентября 2022 г. № 8-2022

о присуждении Вандрай Светлане Николаевне, гражданство РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава» по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» принята к защите 30 июня 2022 года, протокол № 4-2022, диссертационным советом 24.1.078.04 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), 119334, ГСП-1, г. Москва, Ленинский проспект, д.49, созданным приказом Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012.

Соискатель, Вандрай Светлана Николаевна, 1982 года рождения, в 2007 г. окончила Обнинский государственный технический университет атомной энергетики по специальности «Физика металлов» с присвоением квалификации «Инженер-физик». В период подготовки диссертации и по настоящее время соискатель Вандрай Светлана Николаевна работает в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», в научно-исследовательской лаборатории разработки материалов на основе тугоплавких оксидов, технологии изготовления из них радиопрозрачных обтекателей в должности инженера-технолога 2 категории.

Диссертация выполнена в научно-исследовательской лаборатории разработки материалов на основе тугоплавких оксидов Акционерного Общества «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина».

Научный руководитель – кандидат технических наук **Лемешев Дмитрий Олегович**, декан факультета технологии неорганических веществ и высокотемпературных материалов, доцент кафедры химической технологии керамики и огнеупоров Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева, ведущий инженер-технолог АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина».

Официальные оппоненты:

1) **Пантелеев Игорь Борисович**, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»;

2) **Степанов Владимир Александрович**, д.ф.-м.н., доцент, профессор, начальник отделения лазерных и плазменных технологий Обнинского института атомной энергетики – филиала федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова (ИХС РАН) в своем положительном заключении, подготовленном к.х.н., заместителем директора по научной работе ИХС РАН, Тюрниной Н. Г., к.х.н., старшим научным сотрудником лаборатории кремнийорганических соединений и материалов, Тюрниной З. Г., к.х.н., старшим научным сотрудником лаборатории физико-химического конструирования и синтеза функциональных материалов Синельниковой О.Ю. и утвержденном директором ИХС РАН д.т.н. Ириной Юрьевной

Кручининой, отмечает, что диссертационная работа Вандрай С.Н. является самостоятельной завершенной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная научная и практическая задача, связанная с разработкой нового материала. В работе проведены исследования, в ходе которых использован нестандартный подход к решению вопроса 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 в стадии помола. Диссертационная работа рассмотрена и обсуждена на совместном заседании научно-методических советов ИХС РАН. Протокол заседания №10 от «07» июля 2022 г.

Ведущая организация в своем положительном отзыве задает соискателю следующие вопросы:

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 размолта и термообработки?
3. Необходимо уточнить режим термической обработки на первой стадии при 850°C. Какова скорость нагрева? Нагрев осуществлялся от комнатной температуры до 850 °C? Какой режим двухстадийной термической обработки является оптимальным? Что дает выдержка 0 часов при 1090, 1200, 1250, 1300, 1315, 1340, 1350°C? Выдержка 0 часов при данных температурах означает, что термическая обработка была одностадийной (при 850°C, 3ч)?
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?

Приведенные замечания в основном носят дискуссионный характер. Не затрагивают основных результатов и не снижают общей положительной оценки диссертационной работы.

Выбор ведущей организации и официальных оппонентов основывался на компетенции, наличии публикаций и достижений в области разработки и применения высокотермостойких керамических материалов, используемых в атомной энергетике, порошковой металлургии, авиастроении и химической отрасли. Высокая научная квалификация и авторитет официальных оппонентов и ведущей организации позволили объективно оценить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

Соискателем Вандрай С.Н. результаты работы изложены в 4 публикациях в рецензируемых научных изданиях, включенных в перечень ВАК при Министерстве науки и высшего образования РФ, отражены в 3 патентах на изобретение, а также в 8 тезисах докладов международных и всероссийских конференций.

Основные публикации по теме диссертационной работы:

1. Патент 2566840. Российская Федерация, МПК C03C 10/12. Способ изготовления стеклокерамического материала кордиеритового состава: № 2014120063: заявл. 19.05.2014: опубл. 27.10.2015 / Е.И. Суздальцев, Т.В. Зайчук, А.А. Орлов, Ю.С. Устинова, **С.Н. Вандрай** – 4 с.
2. Патент 2582146. Российская Федерация, МПК C03C 10/08, C04B35/195. Способ изготовления стеклокерамического материала кордиеритового

состава: № 2014152580: заявл. 24.12.2014: опубл. 30.03.2016 / Е.И. Суздальцев, Т.В. Зайчук, Ю.С. Устинова, **С.Н. Вандрай**, А.А. Орлов – 4 с.

3. Суздальцев Е.И., **Вандрай С.Н.**, Зайчук Т.В., Устинова Ю.С. Реологические характеристики водных суспензий магнийалюмосиликатного стекла // Огнеупоры и техническая керамика. – 2015. – № 4-5. – С. 26-30.

4. Суздальцев Е.И., Зайчук Т.В., Устинова Ю.С., **Вандрай С.Н.** Исследование процессов получения ВКВС на основе стекла магнийалюмосиликатного состава // Новые огнеупоры. – 2015. – № 10. – С. 39-43

5. Суздальцев Е.И., Зайчук Т.В., Устинова Ю.С., **Вандрай С.Н.** Получение высоконцентрированных керамических вяжущих суспензий на основе магнийалюмосиликатного стекла // Новые огнеупоры. – 2015. – № 11. – С. 29-30

6. Патент 2619570. Российская Федерация, МПК C03C 10/08, C04B35/195. Способ изготовления стеклокерамического материала кордиеритового состава: № 2016103845: заявл. 05.02.2016: опубл. 16.05.2017 / Е.И. Суздальцев, Т.В. Зайчук, Ю.С. Устинова, **С.Н. Вандрай**, А.А. Орлов – 5 с.

7. **Вандрай С.Н.**, Зайчук Т.В., Устинова Ю.С., Орлов А.А., Лемешев Д.О. Кордиеритовая стеклокерамика для изделий радиотехнического назначения / Стекло и керамика. – 2019. – № 9. – С.17-23

Автор принимал непосредственное участие в проведении всех этапов экспериментов и реализации технологического процесса получения нового материала, обсуждении результатов исследований и их оформлении в виде научных публикаций и патентов.

На автореферат диссертационной работы Вандрай С.Н. поступило 7 отзывов. Все отзывы положительные, ряд отзывов имеют рекомендации и замечания:

1. Отзыв заместителя генерального директора по НИОКР АО «ГосМКБ «Вымпел» им. И.И. Торопова» – председателя научно-технического совета,

к.т.н. Беляева А.Н., и главного конструктора АО «ГосМКБ «Вымпел» им. И.И. Торопова, к.т.н. Богацкого В.Г. содержит следующие замечания:

1). Отсутствие информации о апробации разработанной технологии получения стеклокерамического материала.

2). Из представленных материалов не ясно, требуется ли проведение дополнительных работ и исследований для подтверждения возможности практического использования разработанной технологии получения стеклокерамического материала.

2. Отзыв д.т.н., профессора, заведующего кафедрой инженерной физики и физики материалов инженерного факультета БашГУ Шаяхметова У. Ш. содержит следующие замечания:

1) Не ясно представлен процесс образования кордиерита в стеклокерамическом материале, также, не достаточно убедительны приведенные данные описания физико-химических процессов.

3. Отзыв к.т.н., заместителя начальника цеха по производству углеродных материалов ПАО «Авиационная корпорация «Рубин», Бардина Николая Григорьевича, содержит замечания:

1). не совсем понятно, что в таблице 1 подразумевается под понятием «массовая доля нелетучих веществ». Если имеется в виду коксовый остаток, который от натриевой соли полиакриловой кислоты довольно велик (более 40%), то стоило уточнить, оказывает ли он влияние на процессы, происходящие при спекании и кристаллизации образцов из МАС;

2) стоило более подробно объяснить, чем обоснован выбор интервала концентраций вводимой в суспензию натриевой соли полиакриловой кислоты от 0,2 до 0,4%;

3) из текста автореферата сложно понять, почему в качестве максимальной температуры для спекания выбрана именно 1350 °С? Какие процессы происходят при более высоких температурах и как они влияют на плотность и микроструктуру стеклокерамики?

4. Отзыв д.т.н., начальника отдела АО «НПО им. С.А. Лавочкина» Сысоева В.К. и к.т.н., инженера-конструктора АО «НПО им. С.А. Лавочкина» Юдина А.Д. содержит замечание:

1) В автореферате при сравнении свойств нового разработанного материала (таблица 5) ОТМ-361 со свойствами аналогов, нет объяснений получения большей теплопроводности у ОТМ-361 по сравнению с теплопроводностью материалов кордиеритовых ситаллов-аналогов, использующихся за рубежом для изготовления антенных обтекателей.

5. Отзыв с.н.с. отдела технологии силикатных материалов Института химии и технологии редких земельных элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева (ИХТРЭМС КНЦ РАН), к.т.н., Суворовой О.В. содержит замечание:

1) Было бы интересно дополнить автореферат информацией об использованном при приготовлении ВКВС ситаллообразующем стекле марки ОТМ-554 (сырьевые материалы и условия синтеза), об апробации технологии радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава.

6. Отзыв к.т.н., с.н.с. лаборатории плазмы ОИВТ РАН, Шавелкиной М.Б., содержит замечания:

1) Недостаточно данных по влиянию разрабатываемого материала на свойства антенного обтекателя таких как: надежность, работоспособность и стабильность.

2) Автору следовало бы аргументировать преимущество выбранного компонентного состава для стекла.

7. Отзыв д.т.н., советника генерального конструктора по науке АО «ОКБ «Новатор», Мельникова В.Н., без замечаний.

В дискуссии по диссертационной работе приняли участие: д.х.н., академик РАН Бузник В.М. (ИОНХ РАН); д.х.н., академик РАН Солнцев К.А. (научный руководитель ИМЕТ РАН); д.х.н. Казин П.Е. (профессор кафедры неорганической химии Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова); д.ф.-м.н. Белоусов В.В. (заведующий лабораторией функциональной керамики ИМЕТ РАН), д.х.н. Беляков А.В. (профессор кафедры химической технологии керамики и огнеупоров РХТУ им. Д.И. Менделеева).

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

1. Научно обоснована и экспериментально показана возможность получения стеклокерамического материала кордиеритового состава по керамической технологии методом шликерного литья из водных высококонцентрированных вяжущих суспензий с последующим спеканием и кристаллизацией.

2. Путем измельчения в водной среде **получены** водные высококонцентрированные вяжущие суспензии на основе магнийалюмосиликатного стекла ОТМ-554, исследовано влияние электролитов и диспергирующих добавок на литейные и реологические свойства суспензий:

- **установлено**, что эффективными диспергирующими добавками для изготовления крупногабаритных изделий являются полиэлектролиты в виде полимолекулярных химических соединений типа полиакрилатов, а именно, натриевые и аммонийные соли полиакриловой кислоты в количестве 0,3-0,4 масс. %;

- **определены и оптимизированы** технологические и реологические параметры и отработаны режимы приготовления литейных водных высококонцентрированных вяжущих суспензий на основе магнийалюмосиликатного стекла; оптимальными параметрами суспензий являются: плотность 2,06-2,20 г/см³, вязкость 0,18-0,27 Па·с, тонины помола (остаток на сите с размером ячейки 0,063 мм) T₆₃ 6-12 %.

3. Исследовано влияние температурно-временных условий термической обработки на спекание и фазообразование, происходящие в магнийалюмосиликатной системе при получении стеклокерамики, изучена ее микроструктура. Оптимальные условия для получения материала создаются при двухстадийной термической обработке при температуре первой стадии T₁=850°C с выдержкой τ_1 =3 часа, и температуре второй стадии в интервале T₂=1350-1360 °C с выдержкой в течение τ_2 =1 и 3 часов. Основными

кристаллическими фазами стеклокерамического материала являются кордиеритподобная фаза гексагональной модификации – индиалит и рутил, сопутствующими – муллит и кристобалит.

4. Определены и изучены механические, диэлектрические и теплофизические свойства полученного материала; получен материал кордиеритового состава с плотностью 2,51-2,65 г/см³, водопоглощением менее 0,1%, прочностью не менее 122 МПа, диэлектрической проницаемостью 6,40-6,85 и тангенсом угла диэлектрических потерь менее 0,0011. Достигнутый уровень свойств позволяет считать, что полученный материал является перспективным для авиационной промышленности и может быть использован при изготовлении изделий радиотехнического назначения.

5. Разработаны технические условия ТУ 1-596-492-2012 на стеклокерамический материал кордиеритового состава ОТМ-361.

Теоретическая значимость диссертационного исследования обоснована тем, что:

1. **Установлено**, что получение водных высококонцентрированных вяжущих суспензий на основе магнийалюмосиликатного стекла, являющегося основным материалом, обладающим низким значением ионного потенциала катионов, возможно при измельчении магнийалюмосиликатного стекла в водной среде в присутствии диспергирующих добавок в виде солей полиакриловой кислоты. При этом молекулы солей полиакриловой кислоты, 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 высококонцентрированных вяжущих суспензий.

2. **Выявлено**, что эффект диспергирования нарастает с увеличением длины углеводородной цепи молекул солей полиакриловой кислоты за счет

увеличения толщины сольватной оболочки вокруг частиц магнийалюмосиликатного стекла в высококонцентрированных суспензиях. 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 общей пористостью.

3. **Выявлены** особенности процессов спекания и кристаллизации, протекающих в магнийалюмосиликатной системе, 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, где происходит спекание и уплотнение материала до кажущейся плотности, равной не менее 98% от теоретической, и открытой пористости, близкой к нулю.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

1. **Разработана технология** получения водных высококонцентрированных вяжущих суспензий на основе магнийалюмосиликатного 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).

2. **Установлены и оптимизированы** технологические параметры измельчения магнийалюмосиликатного стекла, стабилизации высококонцентрированных вяжущих суспензий и термической обработки сырца-полуфабриката, обеспечивающие получение беспористого стеклокерамического материала кордиеритового состава (Патент № 2619570 RU от 05.02.2016).

3. **Разработана технология** получения радиопрозрачного стеклокерамического материала кордиеритового состава методом шликерного литья из водных высококонцентрированных вяжущих суспензий с последующим спеканием и кристаллизацией.

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

5. 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».

Оценка достоверности результатов исследований выявила, что надежность и достоверность полученных результатов основана на статистической значимости экспериментальных данных, полученных с применением взаимодополняющих современных инструментальных методов анализа, таких как рентгеновская дифрактометрия, сканирующая электронная микроскопия, рентгеноспектральный микроанализ РСМА.

Личный вклад автора заключается в постановке задач исследований, в проведении всех этапов экспериментов и обработке результатов. Анализ и обсуждение результатов исследований методами сканирующей электронной микроскопии и РФА, формулирование основных выводов выполнены в соавторстве. Все основные результаты получены лично автором, заимствованный материал обозначен ссылками.

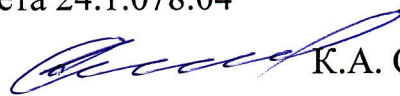
Диссертационный совет констатирует, что диссертация Вандрай С.Н. является законченной научно-квалификационной работой, направленной на решение важной технологической задачи – создание нового радиопрозрачного материала на основе кордиерита с улучшенными техническими и диэлектрическими характеристиками.

На заседании 29.09.2022 диссертационный совет 24.1.078.04 пришел к выводу о том, что диссертация Вандрай С.Н. по своей актуальности и практической значимости соответствует требованиям, установленным «Положением о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 (с изменениями и дополнениями), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Вандрай Светлана Николаевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

При проведении голосования диссертационный совет в количестве – 15 человек, из них 8 – докторов наук по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», участвовавших в заседании, из 20 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 15, против – 0. Решение совета принималось тайным голосованием с применением коммуникационных технологий в соответствии с Приказом Минобрнауки и высшего образования РФ «О внесении изменений в Положение о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук» № 458 от 07 июня 2021 года, ввиду удаленного участия 3 – членов диссертационного совета из 15 – участвовавших в заседании.

Председатель диссертационного совета 24.1.078.04

академик РАН, д.х.н.



К.А. Солнцев

Ученый секретарь диссертационного совета 24.1.078.04

к.г.-м.н.

29.09.2022

Подписи академика РАН, д.х.н. К.А. Солнцева и к.г.-м.н. С.Н. Ивичевой заверяю,

Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



С.Н. Ивичева

О.Н. Фомина