

Отзыв

официального оппонента Иконникова Константина Игоревича на диссертационную работу Мироновой Екатерины Васильевны «Модифицирование кварцевой керамики кремнийорганическими соединениями», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов»

Диссертационная работа Мироновой Екатерины Васильевны посвящена решению актуальной научно-технической проблемы – улучшению свойств кварцевой керамики путем её модификации кремнийорганическими соединениями.

Актуальность работы.

Кварцевая керамика обладает комплексомценных свойств: наряду с высокой термостойкостью она имеет достаточно стабильные диэлектрические свойства, что делает материал особенно востребованным в ракетостроении. Кроме кварцевой керамики широко применяется и стеклокерамика литийалюмосиликатного состава, несмотря на то, что её термостойкость ниже и диэлектрические свойства менее стабильны при изменении температуры. Это связано, прежде всего, с тем, что стеклокерамика не имеет открытых пор, в отличие от кварцевой керамики (открытая пористость составляет 7-12 %), и не поглощает влагу, поэтому её применяют для изделий, эксплуатируемых во влажной среде. Ввиду постоянного совершенствования летательных аппаратов, увеличения скоростей полета и связанным с этим увеличением температур эксплуатации представляется необходимой разработка методов, снижающих открытую пористость кварцевой керамики для применения в изделиях, подверженных воздействию влаги.

Научная новизна.

Автором сформулированы следующие положения научной новизны:

1. Установлено, что модификация кварцевой керамики на стадии сырца путем объемной пропитки кремнийорганическим соединением при последующем спекании, происходящем по твердофазному механизму, интенсифицируемым равномерно распределенным в поровом пространстве мелкодисперсным SiO_2 , образующимся в результате термодеструкции тонкой пленки модifikатора и мигрирующим в результате массопереноса в зоны контакта зерен исходной матрицы, при прочих равных условиях приводит к снижению открытой пористости кварцевой керамики в 4-7 раз (с 7-12% до 1,8 %), при этом в материале не образуется кристобалит. Установлено, что метод позволяет получить кварцевую керамику с открытой пористостью 7-12%, но при более низких

температурах обжига (на 150 °С), чем по действующей технологии, и с более низкими линейными усадками (ниже в 2-3 раза).

2. Установлено, что модифицирование кварцевой керамики, применяемой для РПО, заключающееся в пропитке по всему объему керамики раствором кремнийорганического соединения с последующей полимеризацией, приводит к перекрытию сквозных каналов в системе пор во всем объеме, без образования функциональной пленки на поверхности материала, что приводит к снижению открытой пористости и водопоглощения до значений близких к нулю и сохранению возможности механической обработки материала до нужных размеров изделия.

3. Проведено комплексное исследование свойств кварцевой керамики, модифицированной кремнийорганическим термостойким полимером. Установлено, что метод снижения открытой пористости и водопоглощения путем модифицирования кремнийорганическим полимером приводит к упрочнению материала и придает ему устойчивость к эрозионному воздействию пыли и дождя, морской воде. Получаемый материал по теплофизическим свойствам не уступает альтернативному материалу – беспористой стеклокерамике литийалюмосиликатного состава, применяемой в настоящее время в изделиях, эксплуатируемых во влажной среде. Установлено, что метод возможно применять в рамках технологии изготовления термонагруженных радиопрозрачных изделий из кварцевой керамики, в том числе крупногабаритных, для улучшения эксплуатационных свойств изделий и обеспечения влагозащиты.

Положения, отнесенные к научной новизне, сформулированы автором достаточно полно и подтверждены результатами исследования, то есть являются обоснованными.

Практическая значимость.

Автором получены новые экспериментальные данные, выработаны методы, направленные на снижение открытой пористости кварцевой керамики, разработаны технологические документы для изготовления изделий.

Научная новизна и практическая значимость работы подтверждены патентами и заявкой на изобретение. Результаты работы могут быть использованы при разработке технологии получения других плотноспеченных и беспористых керамических материалов.

Диссертантом в работе были определены проблемы получения изделий из кварцевой керамики и подходы влагозащиты, четко сформулированы цель и основные задачи. В ходе исследования получены результаты, позволяющие сделать вывод, что основная проблема получения изделий радиотехнического назначения, устойчивых к воздействию влажной среды, из кварцевой керамики устранена.

Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка использованных источников из 142 наименований, приложений, всего – 169 страниц. Структура работы обладает внутренним единством.

В первой главе диссидентом проведен обстоятельный анализ научной и патентной литературы технологии получения изделий радиотехнического назначения из кварцевой керамики. Осуществлен поиск методов модифицирования для снижения открытой пористости кварцевой керамики. Учен опыт нанесения влагозащитных покрытий, и получения плотноспеченой кварцевой керамики с помощью добавки BN, сделан выбор направления исследования – применение кремнийорганических соединений для модифицирования кварцевой керамики.

Во второй главе представлены методы исследования, использованные в работе. Преимущественные методы основываются или повторяют стандартные методы определения физико-механических, теплофизических свойств материалов. Это свидетельствует в пользу достоверности полученных данных.

Третья глава посвящена раскрытию разработанного метода модифицирования кварцевой керамики при введении кремнийорганического соединения в материал на стации сырца. В предложенном методе применен научный подход, он основан на опыте более ранних трудов ученых, но имеет существенные новые признаки. В результате исследования диссидентом лично получены новые экспериментальные данные, которые показывают, что кремнийорганические соединения, введенные в сырец кварцевой керамики, способствуют при прочих равных условиях обжига снижению открытой пористости получаемого материала. Несмотря на то что, нулевых значений пористости достигнуть не удалось, представленные данные представляют ценность: данный метод можно использовать для получения плотноспеченой кварцевой керамики, а также метод позволяет получать кварцевую керамику с более низкими линейными усадками, что может быть полезно в ряде технологических цепочек.

Четвертая глава посвящена раскрытию метода разработанного метода модифицирования спеченной кварцевой керамики. Выбран достаточно простой на первый взгляд метод, основанный на уже имеющихся научно-практических результатах – объемная пропитка материала раствором кремнийорганического олигомера МФСС-8, с последующей термообработкой для полимеризации вещества. Метод позволил достичь поставленной в работе цели – открытая пористость снижена до значений близких к нулю. Отработаны основные технологические параметры получения модифицированной керамики по результатам ряда проведенных экспериментов, имеющих научное основание.

В пятой главе представлено комплексное исследование свойств модифицированной кварцевой керамики в том числе специальных, которые позволили дать оценку пригодности полученного материала для деталей летательных аппаратов. Проведено сравнение свойств нового материала со свойствами прототипа – исходной кварцевой керамики, а также альтернативного материала, применяемого в условиях повышенной влажности. По результатам проведенного анализа модифицированная кварцевая керамика была рекомендована для применения в образцах изделий. Метод модификации кварцевой керамики посредством объемной пропитки раствором МФСС-8 был адаптирован для ряда изделий, с помощью научных подходов отработаны технологические приемы, проведена проверка свойств материала в готовом изделии (шестая глава). Итогом стала разработка технологической документации получения образцов и изделий из модифицированной кварцевой керамики.

Общие выводы диссертационной работы отражают основные результаты исследования, имеют тесную взаимосвязь с поставленными целью и задачами, подчеркивают практическое значение найденных методов модификации кварцевой керамики.

В ходе рассмотрения диссертационной работы возник ряд замечаний и вопросов:

1. Для того, чтобы исключить влияние влаги на свойства пористого материала, каким является кварцевая керамика, можно не снижать открытую пористость, а использовать гидрофобизирующие покрытия или пропитки, в основе которых обычно используют кремнийорганические соединения. В работе не проведены исследования с такой группой веществ.
2. В качестве пропитывающих компонентов не рассмотрены более ходовые и коммерчески доступные компоненты, такие как тетроэтоксисилан (ТЭОС) или связующие на основе коллоидного диоксида кремния (золы с полимерными добавками).
3. Не показаны результаты обжига модифицированного сырца кварцевой керамики выше 1250°C. С чем это связано?
4. Почему испытания изделий из модифицированной кварцевой керамики в диссертационной работе представлены в сжатом виде.
5. В тексте диссертационной работы имеется ряд опечаток.

Указанные недостатки не снижают научного уровня работы и ценности полученных результатов.

В целом, диссертационная работа Мироновой Екатерины Васильевны на тему «Модификация кварцевой керамики кремнийорганическими соединениями

представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой с помощью научно-технических подходов решена актуальная научно-практическая проблема получения термостойкого радиопрозрачного керамического материала, устойчивого к воздействию влаги. Автореферат отражает основное содержание диссертационной работы, а публикации содержат наиболее важные результаты исследовательской работы. Кроме того, результаты отдельных исследований прошли апробацию на различных конференциях и в научных конкурсах.

Диссертация Мироновой Екатерины Васильевны выполнена на высоком научном уровне, обладает как научной, так практической ценностью и соответствует п.п. 1 и 2 формулы специальности и п.1.4 и 4 области исследований паспорта 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, а автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Официальный оппонент

Иконников К.И.

30.08.2022

Иконников Константин Игоревич, кандидат технических наук, руководитель исследовательского центра специальной керамики общества с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Бакор» (ООО «НТЦ «Бакор»).

Специальность кандидатской диссертации 05.17.11 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Адрес: 108851, Российская Федерация, г.Москва, г.Шербинка, ул.Южная д.17

Тел: +79263499059

E-mail: konst@ntcbakor.ru



Подпись Иконникова К.И. заверяю

14

OB. Tjösse Karabum, on

30.08.2022