



ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
НПО СПЕЦИАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(ЗАО «НПОСМ»)

Большой Сампсониевский пр., 28а, Санкт-Петербург, Россия, 194044,
Тел. (812) 600-75-54, (812) 600-75-57, факс (812) 542-75-58, E-mail: office@npo-sm.ru, http://www.npo-sm.ru

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор –
Генеральный конструктор ЗАО «НПО СМ»

Член-корреспондент РАН,
д.т.н., профессор, академик РАН,
Заслуженный деятель науки РФ,
Лауреат Государственной премии и
премий Правительства РФ в области
науки и техники, премии
Президента РФ в области образования

М.В. Сильников

« 18 » сентября 20 19 г.

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации, выполненной Игнатовой Анной Михайловной на тему «Физико-химические закономерности получения и применение литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава из природного и техногенного сырья» и представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Игнатовой А.М. выполнена диссертационная работа на **актуальную тему**, связанную с установлением закономерностей протекающих неравновесных процессов на стадиях плавления природного и техногенного сырья, затвердевания и кристаллизации расплавов, разработкой, реализацией технологии получения и применением новой группы литых стеклокристаллических материалов с заданными свойствами.

Как следует из автореферата, лично автором решены следующие задачи, составляющие **научную новизну работы**:

1 Установлено, что формирование литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава (пироксен – 88–95 %; шпинелид –

1–6 %) со сферолитной структурой определяется составом расплава мас. %: SiO_2 – 44–48; Al_2O_3 – 13–17; MgO – 13–16,5; CaO – 11–14; не более 9,5. Формирование шпинелидной фазы обуславливается присутствием в расплаве Cr_2O_3 более 1 % и Al_2O_3 – 13–17 %. Формирование пироксеновых фаз обеспечивается содержанием в расплаве оксидов SiO_2 , MgO , CaO , FeO (Fe_2O_3). Степень кристалличности 94–97% достигается при охлаждении расплава до температур 1360–1230°C.

2 Установлено, что формирование фазового состава литых стеклокристаллических материалов из расплава начинается с кристаллизации шпинелида ($\text{RO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$; $\text{RO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$) при Al_2O_3 (Cr_2O_3)/ RO = 0,1...0,3 и завершается последовательным эпитаксиальным ростом на его поверхности вначале двух/четырёхцепочных клинопироксенов, а затем ортопироксенов. Последовательность формирования структурных составляющих обеспечивается отношениями в расплаве $\text{SiO}_2/\text{R}_2\text{O}_3$ = 2...4,5; $\text{SiO}_2/(\text{RO} + \text{R}_2\text{O} + \text{R}_2\text{O}_3)$ = 0,78...1,03 и летучестью кислорода ($\log f_{\text{O}_2}$ = –9,6...–5,5). Образованные двухфазные сферолиты со шпинелидным ядром и пироксеновой оболочкой равномерно распределяются в стеклофазе, которая образует сетчатый каркас дендритного ветвления. Основными реакциями в процессе фазообразования являются реакции «клинопироксен – ортопироксен» и «оливин – ортопироксен», коэффициенты распределения железа для указанных реакций в первом случае составляют 1,86–2,35, а во втором – 0,03–0,20.

3 Впервые установлено, что структура литых стеклокристаллических материалов адекватно описывается сферолитно-сетчатой моделью, параметрами которой являются: диаметр сферолита (2–70 мкм), размер шпинелида (1–4 мкм), толщина прослойки пироксенов (0,1–10 мкм), толщина прослойки стеклофазы (0,1–7 мкм), количество сферолитов в единице объема ($(0,5...1,5) \cdot 10^6$ шт./м³), индекс сферолита, выраженный отношением толщины пироксеновой прослойки к приведенному диаметру шпинелидного ядра (1–10) и степень разветвлённости стеклофазы, определяемой отношением общего количества ветвей к общему количеству их тройных и четвертных пересечений, (0,09–0,60).

4 Установлено, что размер сферолитов в структуре литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава определяет отношение скоростей роста и образования зародышей кристаллизации (v_p/v_z). При отношении v_p/v_z равном 0,2–0,3 размер сферолитов составляет 4–16 мкм, при v_p/v_z равном 0,3–0,4 – 16–130 мкм.

5 Установлены зависимости свойств литых стеклокристаллических материалов, а именно коэффициента износа 0,01–0,1; термостойкости до 200 теплосмен при максимальной температуре эксплуатации 750 °C и рассеивающей способностью к механическому удару 40–50 Дж/мм³ от параметров структуры, а именно содержания шпинелида (3–5 %); пироксена – (89,5–91,4%); стеклофазы – (4,8–6,3%); диаметра сферолита (2,8–70 мкм), размера шпинелида (1–4 мкм), толщины прослойки пироксенов (0,4–35 мкм), толщины прослойки стеклофазы (0,1–7 мкм), количества сферолитов в единице объема ($(0,5...1,5) \cdot 10^6$ шт./м³), индекса сферолита, выраженного отношением толщины пироксеновой прослойки

к приведенному диаметру шпинелидного ядра (1,2–10) и степенью разветвлённости стеклофазы, определяемой отношением общего количества ветвей к общему количеству их тройных и четвертных пересечений (0,09–0,60), что позволило предложить параметры структуры литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава различного назначения.

6 Установленные закономерности определяют, что структура литых стеклокристаллических материалов различного назначения, обладает следующими параметрами: износостойкость обеспечивается фазовым составом, мас. %: шпинелиды – 3; пироксены – 91,8–91,4; стеклофаза – 5,2–5,6; диаметром сферолита 14,0–29,0 мкм, величиной индекса сферолита 1,9–2,1, толщиной стеклофазной прослойки 3–5 мкм со степенью разветвлённости 0,20–0,60 и количеством сферолитов в единице объема $(0,5...1,5) \cdot 10^6$ шт/мм³; диссипативная способность – фазовым составом, мас. %: шпинелиды – 5; пироксены – 88,7–89,5; стеклофаза – 5,5–6,3; диаметром сферолита 2,8–10,5 мкм, величиной индекса сферолита 1,2–1,5, толщиной стеклофазной прослойки 5–7 мкм со степенью разветвлённости 0,12–0,20 и количеством сферолитов в единице объема $(6...7) \cdot 10^6$ шт/мм³; термостойкость – фазовым составом, мас. %: шпинелиды – 4; пироксены – 91–91,2; стеклофаза – 4,8–5,0; диаметром сферолита 8–70,0 мкм, величиной индекса сферолита 9–10, толщиной стеклофазной прослойки 0,1–1,5 мкм со степенью разветвлённости 0,09–0,11 и количеством сферолитов в единице объема $(0,9...1,1) \cdot 10^6$ шт/мм³.

7 Установлено, что условием достижения вязкости расплава для получения литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава не более 30 Па·с является соотношение $\text{SiO}_2 / \text{R}_2\text{O}_3 = 2...4,5$ и ионный баланс расплава ($N_{\text{sp}}/N_{\text{Xme}}$), выраженный, как отношение грамм-ионов соединений серы и фосфора (S^{4+} , S^{6+} и P^{5+}) к грамм-ионам металлов (Al^{3+} , Fe^{3+} , V^{5+} , Cr^{3+}) в диапазоне 0,005–0,1 при содержании V_2O_5 не более 1%.

8 Впервые установлено, что деформация и разрушение литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава при статических нагрузках сопровождаются движением и накоплением дефектов внутри шпинелидов и пироксенов. При ударно-волновых нагрузках со скоростью от 200 до 3000 м/с процессы преобразования энергии удара в работу механического разрушения реализуются в ограниченном объеме материала в месте удара, диссипирующая способность в этом объёме достигает 40–50 Дж/мм³, что позволяет сравнивать литые стеклокристаллические материалы шпинелид-пироксенового состава с корундовой керамикой.

Теоретическая значимость работы заключается:

- в расширении представления и получении новых данных о процессах плавления и кристаллизации фаз в многокомпонентных системах SiO_2 – Al_2O_3 – RO – R_2O (RO – CaO , MgO , FeO ; R_2O – Na_2O , K_2O). Получены новые сведения о процессах плавления сложных многокомпонентных минеральных силикатных систем в присутствии соединений серы и фосфора;

- в получении сведений о физико-химических условиях, обеспечивающих формирование сферолитной структуры литых стеклокристаллических материалов

шпинелид-пироксенового состава. Расширены представления о влиянии ионного баланса на скорость образования количества центров кристаллизации и скорость роста центров кристаллизации, на формирование структуры и обеспечение свойств литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава при разной степени переохлаждения расплава;

- в определении взаимосвязи между соотношениями элементов макроструктуры (пироксеновый сферолит с шпинелидным ядром и стеклофаза), составом, размером кристаллов, их количеством в единице объема материала и эксплуатационными свойствами новой группы литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава;

- в выявлении особенностей деформации и разрушения новой группы литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава в условиях статических и ударно-волновых нагрузок.

Практическая значимость работы определяется:

- предложенными регламентом оценки пригодности природного и техногенного сырья и рекомендациями по составлению сырьевых композиций для получения новой группы литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава со сферолитной структурой;

- разработанными и реализованными сырьевыми композициями для получения новой группы литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава с интенсивностью износа 0,02–0,06%, величиной истираемости 0,005–0,015 кг/м², пределом прочности при сжатии 230–250 МПа и диссипативной способностью 50–58 Дж/м³, с термостойкостью 250–300 теплосмен при температуре 400–500 °С;

- предложенными и реализованными на практике рекомендациями по оптимизации режимных параметров технологии получения новой группы литых стеклокристаллических материалов шпинелид-пироксенового состава и изделий из них – от подготовки сырья, шихтовых композиций, подготовки расплава и литейных форм, заливки в литейные формы, термообработки и охлаждении отливок до контроля качества и отбраковки;

- предложенными и реализованными на практике рекомендациями по получению и применению материалов и устройств повышенной износостойкости, термостойкости, радиоактивной стойкости, экранированию от электромагнитных излучений, предохранения и обеспечения защиты жизнедеятельности населения и технических объектов от экстремальных террористических воздействий. По результатам работы получен 21 патент РФ.

Достоверность результатов исследования подтверждается тем, что экспериментальные исследования проведены в аттестованных лабораториях на оборудовании, имеющем сертификаты, удостоверяющие их соответствие стандартам РФ; использованием современных стандартных и оригинальных методик, приборов и технических средств; многократным повторением экспериментов; статистической обработкой экспериментальных данных; отсутствием противоречий с основными физико-химическими и материаловедческими правилами и закономерностями.

Исходя из представленных в автореферате сведений, основные научные результаты с достаточной полнотой опубликованы в 124 научных работах, из них 60 в рецензируемых научных изданиях, включенных в перечень ВАК МИНОБРНАУКИ РФ, а так же издано 6 монографий.

Автореферат написан грамотно, стиль изложения доказательный, оформлен в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.11-2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления».

Наряду с положительными сторонами, диссертационная работа, по нашему мнению, имеет ряд недостатков:

- в зависимости (3) отсутствуют области определения аргумента, что затрудняет анализ зависимости;

- используется отмененный ГОСТ Р 50744 и, как следствие, устаревший класс защитной структуры бронеодежды.

Вместе с тем, указанные недостатки не снижают теоретической и практической значимости работы, которая в целом выполнена на высоком научно-техническом уровне.

Исходя из содержания автореферата, представляется возможным сделать следующие выводы:

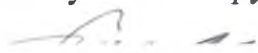
1. Содержание работы соответствует паспорту специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

2. Выполненная Игнатовой Анной Михайловной диссертационная работа является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основе выполненных автором исследований изложены новые технические и технологические решения получения и применения новой группы литых стеклокристаллических материалов с заданными свойствами, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны, что соответствует пункту 8 «Порядка присуждения ученых степеней в национальном исследовательском Томском политехническом университете», а ее автор, Игнатова Анна Михайловна, достойна присуждения ей ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Отзыв составил старший научный сотрудник НИИ СМ Закрытого акционерного общества «Научно-производственное объединение специальных материалов» доктор технических наук, старший научный сотрудник Лазоркин Валерий Иванович, 194044, г Санкт-Петербург, Большой Сампсониевский проспект, д. 28а, тел. 8–(812)- 542-87-70.

Старший научный сотрудник НИИ СМ ЗАО «НПО СМ»

доктор технических наук, старший научный сотрудник



В.И. Лазоркин