

УТВЕРЖДАЮ

И.о. проректора по науке
и стратегическим проектам

ФГАОУ ВО

Национальный исследовательский
Томский политехнический
университет

Гоголев А.С.

« 13 » июля 2023 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет»

Диссертация **«Разработка одностадийной технологии пористого стеклокомпозита на основе высокодисперсного кремнеземистого сырья щелочным активированием»** по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов выполнена в Научно-образовательном центре Н.М. Кижнера Инженерной школы новых производственных технологий «Национального исследовательского Томского политехнического университета».

В период подготовки диссертации соискатель Скирдин Кирилл Вячеславович 1995 года рождения обучался в очной аспирантуре по направлению 18.06.01 «Химическая технология» в Национальном исследовательском Томском политехническом университете, Инженерной Школы новых производственных технологий (ИШНПТ).

В 2019 г. Скирдин Кирилл Вячеславович окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по направлению подготовки 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии» с присвоением квалификации «Магистр».

Диплом об окончании аспирантуры выдан 4 июля 2023 г. Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Тема диссертационной работы утверждена решением ученого совета ИШНПТ номер протокол № 3 от «29» марта 2023 г.

Научный руководитель: Казьмина Ольга Викторовна, основное место работы: Национальный исследовательский Томский политехнический университет, доктор технических наук, профессор НОЦ Н.М. Кижнера, назначен решением ученого совета Инженерной школы новых производственных технологий, протокол № 3 от «29» марта 2023 г.

Обсуждение проходило на научном семинаре Научно-образовательного центра Н.М. Кижнера 14 июня 2023 г.

На семинаре присутствовали:

1. Верещагин В. И – д.т.н., профессор НОЦ Н. М. Кижнера;
2. Казьмина О. В – д.т.н., профессор НОЦ Н. М. Кижнера;
3. Хабас Т. А – д.т.н., профессор НОЦ Н. М. Кижнера;
4. Вакалова Т. В – д.т.н., профессор НОЦ Н. М. Кижнера;
5. Ревва И. Б – к.т.н., доцент НОЦ Н. М. Кижнера;
6. Митина Н. А – к.т.н., доцент НОЦ Н. М. Кижнера;
7. Дитц А. А – к.т.н., доцент НОЦ Н. М. Кижнера;
8. Сударев Е. А – к.т.н., доцент НОЦ Н. М. Кижнера;
9. Лисеенко Н.В., к.т.н., инженер НОЦ Н.М. Кижнера;
10. Шарафеев Ш. М. – к.т.н., инженер НОЦ Н. М. Кижнера;
11. Боровой В.Ю. – аспирант НОЦ Н. М. Кижнера.

Были заданы следующие вопросы:

1. В чем отличие результатов, полученных в рамках вашей научной работы от опубликованных ранее?
2. В чем особенность механизмов процесса вспенивания в композициях на основе кристаллического кремнеземистого сырья?

3. Какое аморфное кремнеземистое сырье использовалось в работе и можно ли его рассматривать в качестве активатора?
4. Какова роль микрокремнезема в разработанных композициях для получения пористого материала по одностадийной технологии?
5. Можно ли получать пористые стеклокомпозиты типа пеностекла из композиций на основе только кристаллического маршалита?
6. Какое количество жидкой фазы (расплава) необходимо для эффективного проведения процесса вспенивания пиропластичной массы?
7. Какое минимально возможное количество воды необходимо для обеспечения протекания процессов и достаточно ли вводилось воды в предлагаемых композициях?
8. Соответствуют ли установленные значения водопоглощения разработанного пористого стеклокомпозита нормативным требованиям действующих ГОСТ и ТУ?
9. Поясните механизм снижения водопоглощения при введении в композицию добавки оксида кальция?
10. Механизм образования волластонитовой фазы?
11. Почему в работе акцент сделан на разработку высокомодульного состава? Какова оптимальная дисперсность кремнеземистого сырья?
12. Как интерпретировать представленные на слайде 18 плоскости отклика?
13. По каким показателям проводилась оценка соответствия, разработанного пористого стеклокомпозита, требованиям, предъявляемым к подобным материалам?
14. Какие методы решения проблем, связанных с экологическим аспектом
15. Какое количество раствора едкого натрия вводится в композицию и какие меры безопасности необходимо предпринимать при использовании в технологии высококонцентрированного раствора едкого натрия?
16. Как проводилась оценка содержания кристаллогидратов гидросиликата натрия в композиции?

17. Происходит ли гидратация микрокремнезема и оказывает ли данный процесс влияние на вспенивание пиропластичной массы?
18. С помощью какой методики проведена оценка среднего размера частиц?
19. Чем полученный стеклокомпозит отличается от представленных пористых материалов типа пеностекла, присутствующих на рынке и разработанных ранее?
20. В каком количестве остается в готовом материале кристаллическая фаза и целесообразно ли ее уменьшение до 10 масс. %?
21. Опишите особенности взаимодействия компонентов в виде кристаллического и аморфного кремнеземистого сырья с раствором едкого натрия?

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

Оценка выполненной соискателем работы. Диссертация на тему «Разработка одностадийной технологии пористого стеклокомпозита на основе высокодисперсного кремнеземистого сырья щелочным активированием» выполнена на высоком научном уровне и представляет собой законченный труд. Представленные научные результаты и основные выводы диссертационного исследования приведены в научных статьях специализирующихся изданий, а также в достаточном объеме освещены на научных конференциях. Диссертация Скирдина Кирилла Вячеславовича соответствует требованиям, предъявляемым к работам, представляемым на соискание ученой степени кандидата наук и отвечает по содержанию паспорту специальности «2.6.14 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации, состоит в непосредственном участии на всех этапах процесса диссертационного исследования, участии соискателя в получении исходных данных и результатов научных экспериментов, личном участии в апробации результатов исследования, разработке составов и технологии получения пористых стеклокомпозитов по одностадийной щелочной технологии,

подготовке публикаций по выполненной работе, выступлении с докладами на профильных конференциях.

Степень достоверности результатов проведенных исследований обеспечена использованием современных методов анализа, воспроизводимостью результатов экспериментальных исследований, проводимых в одинаковых условиях. Измерительное оборудование, используемое в исследованиях, калибровано. В ряде исследований применялось оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

Новизна результатов проведенных исследований.

1. Установлено, что в системе маршалит–микрокремнезем– NaOH – H_2O происходят процессы образования гидросиликата натрия и его кристаллогидратов, композиция которых является основой для получения пористого стеклокомпозита, которая вспенивается, начиная со $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ с образованием пористого каркаса и окончательным формированием пористой структуры при $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ с пористостью 72%. Пористый стеклокомпозит характеризуется плотностью $650\pm 20\text{ кг/м}^3$ и прочностью $6\pm 0,3\text{ МПа}$.

2. Предложены структурная модель и модель фазовых превращений, протекающих при нагревании в системе маршалит–микрокремнезем– NaOH – H_2O , согласно которой формирование каркаса пористой структуры происходит на стадии вспенивания ($130\text{--}200\text{ }^{\circ}\text{C}$) за счет выделения воды из кристаллогидратов гидросиликатов натрия, их трансформации в силикаты, и образованием пиропластичной массы ($800\text{--}850\text{ }^{\circ}\text{C}$).

3. Установлено, что введение гидроксида кальция в систему маршалит–микрокремнезем– NaOH – H_2O в количестве 5 % (в пересчете CaO на безводную систему), что соответствует эвтектическому составу системы Na_2O – CaO – SiO_2 ($725\text{ }^{\circ}\text{C}$), приводит к повышению коэффициента размягчения композита в 3 раза по сравнению с коэффициентом для композита без добавки, за счет образования более водостойкой стекловидной фазы.

Практическая значимость результатов проведенных исследований:

1. Разработан состав композиции на основе маршалита с частичной заменой на микрокремнезем по одностадийной щелочной технологии с пониженным содержанием щелочного компонента, определены условия формирования пористой структуры.

2. Установлено влияние факторов (соотношение $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$, степень замены маршалита на микрокремнезем и концентрация раствора NaOH), влияющих на формирования простой структуры стеклокомпозита.

3. Разработана технология синтеза пористого стеклокомпозита на основе маршалита с добавкой микрокремнезема по щелочной технологии в одну стадию.

Ценность научных работ соискателя и полнота изложения материалов в опубликованных работах.

По материалам диссертационного исследования опубликована 21 работа, включая 3 статьи: 2 в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ (из которых 2 статьи имеют англоязычный вариант в журналах, индексируемых в базе данных Scopus) и 1 в журнале, индексируемом в базах Scopus и WoS.

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science:

1. **Skirdin K.V.**, Miskovets A.Yu., Kazmina O.V. Influence of silica fume on the production process and properties of porous glass composite // Chemchemtech. 2023. V. 66. N 1. P. 84-92.

2. **Скирдин К.В.**, Дорожкин К.В., Казьмина О.В. Влияние магнетита на радиопоглощающие свойства пористого стеклокомпозита в высокочастотной области // Стекло и керамика. 2022. Т. 95. № 5 (1133). С. 22-30.

3. **Скирдин К.В.**, Казьмина О.В. Анализ нефтесорбентов: виды, свойства и эффективность применения // Нефтехимия. 2022. Т. 62. № 6. С. 797-815.

Результаты диссертационного исследования докладывались и обсуждались в г. Москва, Минск, Санкт-Петербург, Кемерово, Улан-Удэ, Казань, Новосибирск, Саранул, Томск на следующих конференциях:

1. **Скирдин К.В.**, Казьмина О.В. «Влияние микрокремнезема на свойства пористого стеклокомпозита, полученного на основе маршалита, по одностадийной щелочной технологии» // «Функциональные стекла и стеклообразные материалы: Синтез. Структура. Свойства» GlasSPShool: сборник тезисов Научной школы-конференции с международным участием для молодых ученых, - СПб. Изд-во.: «ЛЕМА». 2022. С. 172.

2. Боровой В.Ю., **Скирдин К.В.**, Казьмина О.В. Получение пористого стеклокомпозита на основе микрокремнезема и маршалита // Производственные системы будущего: опыт внедрения Lean и экологических решений: материалы международной научно-практической конференции «Производственные системы будущего: опыт внедрения lean и экологических решений». Кемерово. Изд-во.: КузГТУ, 2022. С. 320.

3. **Скирдин К.В.** Исследование составов композиций с микрокремнеземом для получения пористого стеклокомпозита // Сборник XXIII Международной научно-практической конференции «Металлургия: технологии, инновации, качество» «Металлургия - 2022».

4. Боровой В.Ю., **Скирдин К.В.** Получение пористого стеклокомпозита на основе микрокремнезема // сборник международного молодежного научного форума «Ломоносов 2022», СПб. 2022.

5. Антонов С.М., **Скирдин К.В.** Электромагнитные свойства пеностекляного материала, экранирующего излучение терагерцового диапазона // сборник конференции «Девятнадцатая всероссийская конференция студенческих научно-исследовательских инкубаторов». Томск. Изд-во.: СТТ. 2022. С. 8-14.

6. **Скирдин К.В.** Получение пористого стеклокристаллического материала на основе маршалита // Материалы XXIII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера. Томск. Изд-во.: ТПУ. 2022. С. 508.

7. Семенова В.И., **Скирдин К.В.**, Казьмина О.В. Сорбент на основе пеностекла для очистки водных акваторий // Материалы IV всероссийской молодежной научной

конференции с международным участием - Улан-Удэ. Изд-во.: БНЦ СО РАН, 2020. С. 378.

8. **Скирдин К.В.** Перспективы создания нефтесорбентов на основе вспененных стекольных материалов // Материалы XXI Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера, Томск. Изд-во.: ТПУ, 2020. С. 495-496.

9. **Скирдин К.В.** Применение золошлаковых отходов в качестве компонента композитных пеностеклокристаллических сорбентов // Инновационные силикатные и тугоплавкие неметаллические материалы, и изделия: свойства, строение, способы получения: материалы Международной научно-технической конференции. Минск, 2020. С. 105-107.

10. **Скирдин К.В.** Сорбционная нефтеемкость пористого стеклокомпозита, модифицированного оксидом цинка // Ломоносов 2020: Материалы Международного молодежного научного форума «ЛОМОНОСОВ-2020» [Электронный ресурс] / Отв.ред. И.А. Алешковский, А.В. Андриянов, Е.А. Антипов. – Электрон. текстовые дан. (1500 Мб.) – М.: МАКС Пресс, 2020. – Режим доступа: https://lomonosov-msu.ru/archive/Lomonosov_2020/index.htm, свободный – Материалы Международного молодежного научного форума «ЛОМОНОСОВ-2020».

11. **Скирдин К.В.** Кинетика физико-химических процессов твердения пористого стеклокомпозита на основе жидкостекольного вяжущего при термообработке // Система знаний: современные модели распространения научной информации: сборник научных трудов. Казань, 2021. С. 152-154.

12. **Скирдин К.В.** Повышение водостойкости пористого стеклокомпозита на основе жидкостекольного вяжущего обработкой HCl // Система знаний: современные модели распространения научной информации: сборник научных трудов. Казань, 2021. С. 155-157.

13. **Скирдин К.В.** Повышение водостойкости пористого стеклокомпозита, полученного на основе жидкостекольной композиции // Химия и химическая технология в XXI веке: Материалы XXII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых. Томск, 2021.

14. Боровой В.Ю., **Скирдин К.В.** Разработка состава и технологии получения теплоизоляционных пористых материалов на основе микрокремнезема // Сборник II

Международная научно-техническая конференция «Актуальные проблемы науки и техники», посвященная 70-летию ИМИ-ИжГТУ и 60-летию СПИ (филиал) ФГБОУ ВО «ИжГТУ имени М.Т. Калашникова». Сарапул, 2022. С. 246-250.

15. Попова А.Е., **Скирдин К.В.** Определение температурного режима получения пористого материала по данным термогравиметрического анализа // Материалы XXI Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера. Томск, Изд-во.: ТПУ, 2023.

16. Буравлева Д.И, **Скирдин К.В.** Пористый стеклокомпозит, полученный по щелочной технологии, с улучшенной химической стойкостью // Материалы XXI Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера. Том 1. Томск. Изд-во.: ТПУ, 2023. С. 72-73.

17. **Скирдин К.В.** Physico-chemical modeling of the processes of obtaining porous glass composite in the marshalite-micro silicon-NaOH system // Материалы XXI Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера. Том 1. Томск. Изд-во.: ТПУ, 2023. С. 319-320.

18. **Скирдин К.В.**, Попова А.Е., Буравлева Д.И. Теплоизоляционный пористый стеклокомпозит на основе маршалита по одностадийной щелочной технологии с пониженным содержанием щелочи // Труды XXVI Международного научного симпозиума студентов и молодых ученых имени академика М.А. Усова «Проблемы геологии и освоения недр», посвященного 90-летию со дня рождения Н.М. Рассказова, 120-летию со дня рождения Л.Л. Халфина, 50-летию научных молодежных конференций имени академика М.А. Усова. Том 1. Томск. Изд-во.: ТПУ, 2023. С. 155-156.

Диссертация **«Разработка одностадийной технологии пористого стеклокомпозита на основе высокодисперсного кремнеземистого сырья щелочным активированием»** Скирдина К. В. рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Заключение принято на заседании научного семинара Научно-образовательного центра Н.М. Кижнера Инженерной школы новых

Диссертация **«Разработка одностадийной технологии пористого стеклокомпозита на основе высокодисперсного кремнеземистого сырья щелочным активированием»** Скирдина К. В. рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Заключение принято на заседании научного семинара Научно-образовательного центра Н.М. Кижнера Инженерной школы новых производственных технологий «Национального исследовательского Томского политехнического университета».

Присутствовало на заседании 11 чел. Результаты голосования: «за» - 11 чел., «против» - 0 чел., «воздержалось» - 0 чел., протокол № 90 от «14» июня 2023 г.

Председатель заседания
доктор технических наук,
профессор, научный консультант
НОЦ Н. М. Кижнера.


_____ Верещагин В. И.
подпись

Секретарь заседания
кандидат технических наук,
доцент НОЦ Н. М. Кижнера


_____ Митина Н. А.
подпись