

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 5 октября 2023 г. № 5-2023

О присуждении СЕВЕРЕНКОВОЙ ВАЛЕРИИ ВАСИЛЬЕВНЕ,
гражданство РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Модифицирование вяжущих материалов на основе сульфата кальция пластифицирующими добавками для применения в керамической промышленности» по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» принята к защите 22 июня 2023 года, протокол № 2-2023, 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 г.

Соискатель, Северенкова Валерия Васильевна, 1993 года рождения, в 2015 году с отличием завершила обучение на факультете технологии неорганических веществ и высокотемпературных материалов Российского химико-технологического университета (РХТУ) им. Д.И. Менделеева с присвоением квалификации «Инженер» по специальности 240304.65 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов». С 2017 по 2021 гг. обучалась в очной аспирантуре по программе подготовки научно-педагогических кадров по направлению 18.06.01 «Химическая технология» при Российском химико-технологическом

университете (РХТУ) им. Д.И. Менделеева. С 2016 года по настоящее время Северенкова В.В. работает в Акционерном Обществе «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина», в научно-исследовательской лаборатории разработки материалов на основе тугоплавких оксидов, технологии изготовления из них радиопрозрачных обтекателей и их опытного производства при выполнении опытно-конструкторских работ в должности инженера-технолога 2 категории.

Диссертация Северенковой В.В. выполнена в научно-исследовательской лаборатории АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина».

Научный руководитель – доктор технических наук **Харитонов Дмитрий Викторович**, заместитель директора научно-производственного комплекса по производственной деятельности – начальник цеха АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина».

Официальные оппоненты:

1) **Брыков Алексей Сергеевич**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»;

2) **Косенко Надежда Федоровна**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии керамики и электрохимических производств Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Ивановский государственный химико-технологический университет»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Трудового Красного Знамени Институт химии силикатов имени И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН),

г. Санкт-Петербург, в своем положительном заключении, составленном заместителем директора по научной работе ИХС РАН, к.х.н. Тюрниной Н. Г., и главным научным сотрудником лаборатории неорганического синтеза ИХС РАН, д.х.н., профессором Шиловой О.А., и утвержденном директором ИХС РАН, д.т.н. Кручининой И.Ю., отмечают, что диссертационная работа Северенковой В.В. является самостоятельной завершенной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная научная и практическая задача, связанная с получением прочного вяжущего материала на основе сульфата кальция, модифицированного пластифицирующей добавкой, для изготовления крупногабаритных пористых гипсовых форм с повышенными эксплуатационными характеристиками, применяемых в керамической промышленности. Диссертационная работа полностью соответствует паспорту специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, удовлетворяет требованиям ВАК РФ (п. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Северенкова Валерия Васильевна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Диссертационная работа Северенковой В.В. рассмотрена и обсуждена на совместном заседании научно-методических советов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН) «07» сентября 2023 г. (протокол заседания №8).

Ведущая организация ИХС РАН, г. Санкт-Петербург, в своем положительном заключении задает соискателю следующие вопросы:

1. Какова новизна работы, если α - и β -полугидраты сульфата кальция и так используются в производстве?

2. Чем обусловлен выбор модифицирующих добавок?
3. В чем отличие процессов водопоглощения и водоудержания?
4. Какова погрешность измеренных параметров? Стоит указывать ее на рисунках.

5. На какие физико-химические процессы влияет время перемешивания?

6. Как влияет состав исходной смеси на фазовый состав готовых гипсовых форм? Проводился ли рентгенофазовый анализ?

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

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован тем, что они обладают высоким уровнем компетенции в области технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, наличием публикаций в рецензируемых научных журналах и достижений в области разработки и применения вяжущих и керамических материалов. Высокая научная квалификация и авторитет официальных оппонентов и ведущей организации позволяет им объективно оценить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

Результаты работы Северенковой В.В. изложены в 3 публикациях в рецензированных научных изданиях, рекомендованных ВАК, 1 публикации в научном издании, рецензируемом Web of Science и Chemical Abstracts, 1 патенте на изобретение, а также в тезисах 6 докладов на международных и всероссийских научных конференциях.

Основные публикации по теме диссертации:

1. Сычева Л.И., Федорова (Северенкова) В.В. Многофазовые гипсовые вяжущие: состав, получение, свойства // Техника и технология силикатов. – 2020. – Т. 27. – №2. – С. 57-62.

Соискателем изучены физико-механические свойства многофазовых гипсовых вяжущих, полученных различными способами, а также модифицированных пластифицирующей добавкой на поликарбоксилтаной основе.

2. **Федорова (Северенкова) В.В., Сычева Л.И., Харитонов Д.В., Анашкина А.А., Белова А.И.** Влияние пластифицирующих добавок на прочностные характеристики формовочного гипса // *Стекло и керамика.* – 2020. – №5. – С. 47-50.

Fedorova (Severenkova) V.V., Sycheva L.I., Kharitonov D.V., Anashkina A.A., Belova A.I. Effect of added plasticizers on the strength metrics of molding plaster // *Glass and Ceramics.* – 2020. – V. 77. – № 5-6. – P. 200-202.

Соискателем изучено влияние пластифицирующих добавок на меламинформальдегидной и поликарбоксилатной основах на прочностные характеристики гипсового вяжущего, определены оптимальные концентрации добавок, позволяющих увеличить прочность при сжатии гипсового материала в 1,5-2 раза.

3. **Северенкова В.В., Харитонов Д.В., Анашкина А.А.** Исследование свойств и структуры α -полугидрата сульфата кальция в присутствии пластифицирующих добавок // *Вестник технологического университета.* – 2022. – Т. 25. – № 11. – С. 82-86.

Соискателем исследованы возможности применения современных пластифицирующих добавок при изготовлении пористых литевых форм на основе гипсового вяжущего: изучены структурные особенности гипсового вяжущего материала в присутствии пластифицирующих добавок на меламинформальдегидной и поликарбоксилатной основах, изучено влияние пластификаторов на твердение гипсового материала путем определения температурных изменений в процессе реакции гидратации вяжущего, определены прочностные характеристики модифицированных гипсовых материалов с добавлением оптимального количества каждого типа пластификатора при повышенном водогипсовом соотношении.

4. **Severenkova V., Kharitonov D., Anashkina A.** Investigation of physical and mechanical properties of mixed gypsum material for slip casting molds // *MATEC Web of Conferences.* – 2023. – V. 376. – P. 01006.

Соискателем получены гипсовые смеси на основе вяжущих из α - и β -полугидратов сульфата кальция в различном соотношении, изучены их физико-механические свойства, исследована кинетика процесса формирования керамических изделий из водных шликеров в формах, полученных из гипсовых вяжущих различного состава, на основании анализа полученных результатов и требований, предъявляемых к пористым формам для литья керамических изделий, предложен оптимальный состав гипсовой формовочной смеси для применения в керамической промышленности.

5. Патент №2796118. Российская Федерация, МПК В28В 1/26, В22С 1/18, С04В 28/14. Способ изготовления гипсовых форм для литья керамических изделий / А.А. Анашкина, **В.В. Северенкова**, Д.В. Харитонов, Е.В. Маслова, М.Ю. Русин, С.М. Кубахов. – № 2022127947; заявл. 28.10.2022; опубл. 17.05.2023. Бюл. № 14. – 7 с.

Соискателем предложен способ изготовления гипсовых форм для литья керамических изделий, включающий подготовку формового комплекта, приготовление гипсового раствора путем заливки воды и гипса в мешалку, выдержки и перемешивания смеси, заливку гипсового раствора в формовой комплект, выдержку материала, разборку формового комплекта и сушку изготовленной формы, учитывающий технологические параметры приготовления гипсового раствора – температуру воды, водогипсовое соотношение, время засыпки гипса в воду, время выдержки и перемешивания смеси.

На автореферат диссертационной работы Северенковой В.В. поступило **6 отзывов**. Все отзывы положительные, имеются рекомендации и замечания:

1. **Отзыв** руководителя исследовательского центра специальной керамики ООО «НТЦ «Бакор», к.т.н. Иконникова К.И. содержит следующие замечания:

– Чем обоснован выбор пластифицирующих добавок именно на меламинаформальдегидной и поликарбоксилатной основах, почему не рассмотрены производные полиакриловой кислоты или карбоксиметилцеллюлозы?

– В тексте автореферата несколько раз упоминается формулировка «крупногабаритные формы», однако размеры форм указаны только к концу основного содержания работы (в описании главы 6). Возможно, для лучшего понимания следовало бы размеры форм указать в начале работы.

2. **Отзыв** заместителя директора ООО «БиоПромИнвест», д.х.н. Назарова А.М. содержит следующие замечания:

– На стр. 7 в таблице 1 приведены результаты изучения влияния времени и режима перемешивания гипса с водой на сроки схватывания гипсового теста. Изученный диапазон времени перемешивания составляет от 2 до 4 мин, чем объясняется этот выбор и почему ограничивается 4 минутами?

– В тексте автореферата не приведены экспериментальные данные по определению оптимального температурного диапазона воды.

3. **Отзыв** заведующего кафедрой Инженерной физики и физики материалов Инженерного факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Башкирский государственный университет» (ФГБОУ ВО «БашГУ»), д.т.н., профессора Шаяхметова У.Ш. содержит следующее замечание:

– Судя по содержанию, в работе исследовали свойства и структуру модифицированных гипсовых материалов, при этом в автореферате больше внимания уделяется представлению физико-механических свойств и недостаточно внимания – анализу структурных особенностей изученных материалов.

4. **Отзыв** профессора и начальника отделения лазерных и плазменных технологий, руководителя научно-исследовательского направления «Материаловедение композитов и материалов фотоники» Обнинского института атомной энергетики – филиала федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет

«МИФИ» (ФГБОУ ВО «ИАТЭ НИЯУ МИФИ»), д.ф.-м.н., доцента Степанова В.А. содержит следующее замечание:

– Исходя из текста автореферата неясно, чем принципиально отличается водопоглощение, показанное на рисунках 2, 11 и в таблице 3, от капиллярного водопоглощения, результаты определения которого приведены в таблице 2 и на рисунке 7.

5. **Отзыв** заместителя начальника цеха по производству углеродных материалов Публичного акционерного общества «Авиационная корпорация «Рубин», к.т.н. Бардина Н.Г. содержит следующие замечания:

– Из текста автореферата не совсем понятно, чем обоснован выбор именно таких пластифицирующих добавок для гипсового вяжущего? Плюс ко всему, по крайней мере в автореферате, не отражены характеристики пластифицирующих добавок.

– Судя по автореферату, довольно мало внимания уделяется исследованию микроструктуры гипсового материала. Единственный приведенный снимок микроструктуры на рисунке 8 мог нести бóльшую информативность, если бы при этом для сравнения были представлены аналогичные фотографии поверхности материала с другими составами.

6. **Отзыв** главного специалиста по науке по направлению активных зон Отделения инновационных реакторных материалов и технологий Акционерного общества «Государственный научный центр Российской Федерации – Физико-энергетический институт имени А.И. Лейпунского» (АО «ГНЦ РФ – ФЭИ»), д.ф.-м.н., доцента Плаксина О.А. не содержит замечаний.

В дискуссии по диссертационной работе приняли участие: академик РАН, д.х.н. Бузник В.М.(ВИАМ); д.ф.-м.н. Белоусов В.В. (ИМЕТ РАН); д.х.н. Кецко В.А. (ИОНХ РАН); д.х.н. Беляков А.В. (РХТУ им. Д.И. Менделеева); академик РАН, д.х.н. Солнцев К.А. (научный руководитель ИМЕТ РАН); д.х.н. Падалко А.Г. (ИМЕТ РАН); чл.-корр. РАН, д.х.н. Иванов В.К. (директор ИОНХ РАН)

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **определены** оптимальные технологические параметры приготовления гипсового теста при изготовлении крупногабаритных пористых форм, позволяющие стабилизировать свойства и структуру материала гипсовых форм и получать максимально высокое качество их рабочей поверхности;

- **показано,** что для изготовления крупногабаритных пористых форм целесообразным является использование гипсовой смеси, включающей 60 % вяжущего на основе α -полугидрата сульфата кальция и 40 % вяжущего на основе β -полугидрата сульфата кальция. Данный состав позволяет использовать преимущества каждой фазы и получить затвердевший материал, имеющий высокий уровень прочности и водопоглощения одновременно;

- **доказана** эффективность применения пластифицирующих добавок на меламинаформальдегидной и поликарбоксилатной основе в гипсовой системе, основанной на смешанном вяжущем из α - и β -полугидратов сульфата кальция;

- **установлено,** что наиболее эффективными добавками, обеспечивающими при минимальной концентрации (0,1-0,2 мас. %) максимальное водопонижение (до 25-40 %) и увеличение прочности материала (в 1,5-2 раза), являются пластификаторы поликарбоксилатного типа, содержащие в структуре боковой цепи гидроксильные группы;

- **выявлено,** что применение пластифицирующих добавок на поликарбоксилатной основе до определенной концентрации (0,05-0,2 мас. %) в гипсовой системе приводит к уменьшению размера пор материала, а при дальнейшем увеличении концентрации добавки размер пор увеличивается благодаря проявлению эффекта воздухововлечения;

- **установлено,** что пластифицирующие добавки на поликарбоксилатной основе обладают сильным замедляющим гидратацию

эффектом, поэтому их применение в количестве более 0,2 мас. % нецелесообразно в составе формовочной смеси для изготовления крупногабаритных пористых форм;

- **разработан** состав формовочной смеси для изготовления форм с повышенными эксплуатационными характеристиками, предназначенных для литья крупногабаритных керамических заготовок, включающий смесь α - и β -полугидратов сульфата кальция, взятых в соотношении 60:40, и модифицированный поликарбоксилатной добавкой в количестве до 0,1 мас. %.

Теоретическая значимость диссертационного исследования обоснована тем, что:

- **установлены** закономерности влияния природы, структуры и концентрации пластифицирующих добавок на физико-механические характеристики гипсового материала, полученного из смеси крупнокристаллической (α -) и мелкокристаллической (β -) модификаций полугидрата сульфата кальция;

- **установлено**, что введение пластифицирующей добавки поликарбоксилатного типа в количестве до 0,1 мас. % в состав гипсовой смеси, приводит к формированию развитой мелкопористой структуры гипсового материала, обеспечивающей равномерную скорость капиллярного всасывания влаги из шликера в процессе набора керамической заготовки и ее равноплотность по толщине;

- **установлена** взаимосвязь между свойствами материала крупногабаритных пористых форм и качеством получаемых в них керамических заготовок. **Выявлено**, что использование для изготовления пористых форм гипсовой смеси на основе α - и β -полугидратов сульфата кальция, модифицированной пластифицирующей добавкой поликарбоксилатного типа, благодаря проявлению водоудерживающего эффекта, обеспечивает равнопористость гипсового материала по высоте

формы, что приводит к равномерному распределению плотности по высоте керамической заготовки;

- **показано** влияние технологических параметров процесса изготовления крупногабаритных гипсовых форм на физико-механические свойства материала форм и качество их поверхности.

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

- **предложены** оптимальные технологические параметры процесса изготовления крупногабаритных гипсовых форм для литья керамических изделий, включая температуру воды затворения, время засыпки гипса в воду, время выдержки и перемешивания смеси, позволяющие получить качественную рабочую поверхность и стабильность свойств материала изготавливаемых пористых форм;

- **получен** патент на изобретение №2796118 «Способ изготовления гипсовых форм для литья керамических изделий» (заявка №2022127947 от 28.10.2022 г.);

- **определены** оптимальные концентрации пластифицирующих добавок на меламинформальдегидной и поликарбоксилатной основе для применения со смесью вяжущих из α - и β -полугидратов сульфата кальция, позволяющие получить прочный пористый материал;

- **показано**, что наилучшими свойствами обладают гипсовые материалы, полученные из смеси полугидратов сульфата кальция α - и β -модификаций, взятых в соотношении 60:40, модифицированных пластифицирующей добавкой на поликарбоксилатной основе, введенной в смесь полугидратов сульфата кальция в количестве до 0,1 мас. %. Разработанный состав модифицированного гипсового материала и способ его получения могут быть использованы для изготовления крупногабаритных форм с улучшенными эксплуатационными характеристиками, предназначенных для литья заготовок из водных шликеров;

- результаты проведенных исследований **внедрены** в производство и используются в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» при изготовлении пористых гипсовых форм для литья керамических заготовок различных типоразмеров, и позволили увеличить срок их службы, а также снизить количество дефектной керамической продукции на 21 %.

Оценка достоверности результатов исследований выявила:

Достоверность, оригинальность и научная новизна результатов работы подтверждены применением комплекса современных методов исследования, большим объемом полученных экспериментальных данных, воспроизводимостью и согласованностью полученных результатов с литературными данными, рядом публикаций в рецензируемых научных изданиях и участием на конференциях всероссийского и международного уровня.

Личный вклад автора:

состоит в постановке задач, систематизации теоретических данных по теме исследования, планировании, подготовке и проведении экспериментальной работы, обработке полученных результатов, внедрении технических решений в технологический процесс производства керамических изделий, а также подготовке публикаций по теме исследования.

Диссертационный совет констатирует, что диссертация Северенковой В.В. является законченной научно-квалификационной работой, направленной на решение важной научно-технической и практической задачи – получения гипсового материала на основе сульфата кальция, модифицированного пластифицирующими добавками на карбоксилатной основе, для изготовления крупногабаритных пористых форм с повышенными эксплуатационными характеристиками, используемых в керамической промышленности. По своему содержанию диссертация соответствует паспорту специальности научных работников 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

На заседании 05.10.2023 г. диссертационный совет 24.1.078.04 пришел к выводу о том, что диссертация Северенковой В.В. 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, Северенкова Валерия Васильевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 6 докторов наук по научной специальности 2.6.14 и технической отрасли наук, участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени – 14, против присуждения ученой степени – 0, недействительных бюллетеней – 0.

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.

С.Н. Ивичева

05.10.2023 г.

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.



О.Н. Фомина