

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д.002.060.04 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института
металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова

Российской академии наук ПО ДИССЕРТАЦИИ
АКАТЬЕВОЙ ЛИДИИ ВИКТОРОВНЫ НА СОИСКАНИЕ УЧЁНОЙ
СТЕПЕНИ ДОКТОРА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 12.02.2015 протокол № 1-2015

О присуждении АКАТЬЕВОЙ ЛИДИИ ВИКТОРОВНЕ, гражданство
РФ, учёной степени доктора технических наук.

Диссертация «Развитие химико-технологических основ процессов
переработки сырья для получения силикатов кальция и композиционных
материалов» в виде рукописи по специальности 05.17.11 – «Технология
силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» принята к защите
15 мая 2014 г., протокол № 2-2014 диссертационным советом Д.002.060.04 на
базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской
академии наук по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49,
созданного приказом № 2260-2872 от 28.12.2009 г.

Соискатель, Акатьева Лидия Викторовна, 1971 года рождения, в
настоящее время является старшим научным сотрудником лаборатории
химии и технологии экстракции Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С.
Курнакова Российской академии наук. В 1993 г. с отличием окончила
Московский областной педагогический университет (ныне Государственное
образовательное учреждение высшего профессионального образования
"Московский государственный областной университет"), в 2003 г. завершила
обучение в аспирантуре Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С.
Курнакова Российской академии наук в лаборатории химии благородных и
цветных металлов на заочной форме обучения.

Диссертацию на соискание учёной степени кандидата химических наук

«Синтез и физико-химические свойства ксонотлита и волластонита» по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия» защитила в 2003 году в диссертационном совете, созданном на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ФГБУН ИОНХ РАН). В период с 2009 г. по 2012 г. обучалась в докторантуре и работала в должности научного сотрудника в лаборатории координационной химии щелочных и редких металлов ФГБУН ИОНХ РАН, с 2012 г. и по настоящее время работает старшим научным сотрудником лаборатории химии и технологии экстракции ФГБУН ИОНХ РАН; в период подготовки диссертации по совместительству – доцент кафедры «Экология технологических процессов» ФГБОУ ВПО «Егорьевский технологический институт (филиал) МГТУ «Станкин»» (ФГБОУ ВПО ЕТИ «Станкин»); работает в ФГБОУ ВПО ЕТИ «Станкин» с 1993 г.: преподаватель, старший преподаватель, и.о. доцента, доцент, заведующая экоаналитической лабораторией, исполнительный директор научно-учебного производственного центра «Композиционные материалы», научный сотрудник научно-исследовательской части института.

Диссертация выполнена в лаборатории химии и технологии экстракции Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

Гордиенко Павел Сергеевич, гражданство РФ, доктор технических наук, профессор, заслуженный деятель науки РФ, Лауреат Премии Правительства РФ, заведующий лабораторией защитных покрытий и морской коррозии Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии Дальневосточного отделения Российской академии наук (ИХ ДВО РАН), адрес: 690022, г. Владивосток, пр. 100-летия Владивостока, 159; телефон: 8(4232) 31-33-01 (р.); тел./факс: 8(4232) 31-18-89; e-mail: pavel.gordienko@mail.ru

Шилова Ольга Алексеевна, гражданство РФ, доктор химических наук, профессор, заведующая лабораторией неорганического синтеза

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии силикатов имени И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН), адрес: 199034, Санкт-Петербург, наб. Макарова, д. 2; телефон: 8 (812) 325-21-13 (р.); 8-921-324-41-71 (моб.);
e-mail: olgashilova@bk.ru

Макаров Николай Александрович, гражданство РФ, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры химической технологии керамики и огнеупоров Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (ФГБОУ ВПО РХТУ им. Д.И. Менделеева), начальник учебного управления ФГБОУ ВПО РХТУ им. Д.И. Менделеева, адрес: 125047, Москва, Миусская пл., д. 9; телефон: 8 (499) 978-49-61 (р.); 8-916-563-03-47 (моб.);
e-mail: nikmak-ivmt@mail.ru
дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук по адресу: 184209, Мурманская обл., г. Апатиты, Академгородок, д. 26 а;
телефон: (81555) 79-549, 75-295; факс: (81555) 61-658, 76-425;
e-mail: office@chemy.kolasc.net.ru

в своём положительном заключении о диссертации, подписанным Герасимовой Лидией Георгиевной, доктором технических наук, профессором, заведующей сектором функциональных материалов из титансодержащего сырья и техногенных отходов лаборатории химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов, утверждённом Калинниковым Владимиром Трофимовичем, академиком РАН, директором Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук указала, что по актуальности поставленных цели и задач, объёму и качеству

проведённых исследований, обоснованности и достоверности защищаемых положений, научной новизне и практической значимости диссертация Л.В. Акатьевой представляет собой логически завершенную научно-квалификационную работу, которая удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям, и соответствует п. 9. «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утверждённого постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013г. № 842, а её автор, Акатьева Лидия Викторовна, заслуживает присуждения учёной степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Ведущая организация делает соискателю следующие замечания:

- Перечень положений выносимых на защиту большой и, на наш взгляд, мог быть короче за счет исключения п.1 (этот пункт обосновывает постановку цели после обсуждения имеющихся литературных источников) и объединения п.п. 9 и 10 (в диссертации наглядного материала, касающихся этих положений, немного).
- В некоторых пунктах научной новизны нет конкретных данных (оптимальные параметры процесса, лучшие, чем в известных источниках, показатели свойств, новые составы), обосновывающих преимущества получаемых промежуточных и конечных продуктов.
- На наш взгляд, несколько жargonно («ненаучно») определяется объект исследования «семизенная формула «сырьё-технология-состав-структура-дисперсность-свойство-применение» взаимосвязи ...». Лучше отражала бы суть вопроса, следующая редакция: «семизенная система «сырьё-технология-состав-структура-дисперсность-свойство-применение», устанавливающая взаимосвязь отдельных стадий, характеристик исходных, промежуточных и конечных продуктов»...
- Нет данных свидетельствующих об оболочковом строении пигментов (например, снимки на просвечивающем электронном микроскопе). Возможно, что это просто композиции, в которых кобальтовый и титановый

компоненты равномерно распределены по объёму реакционно активного носителя (в результате абсорбции).

– Диссертант достаточно часто говорит о морфологии частиц гидросиликата кальция, силиката кальция, композиционных пигментов, хотя характеристики их поверхностных свойств (показатели удельной поверхности, объём пор, размер пор и т.д.) не приводит.

– На наш взгляд, нельзя говорить о том, что разработан способ получения акриловой краски на основе разработанных пигментов. Как видно из приведенной в диссертации рецептуры - основные её компоненты традиционные (связующее, диспергатор, загуститель, антисептик и т.д.). Можно лишь говорить о новой рецептуре - выборе соотношения между известным пигментом - диоксид титана марки рутил, наполнителем и опытном композиционном пигменте.

– При проведении работы диссидентом получено большое количество конечных продуктов, которые рекомендованы и для получения керамики и люминесцентных материалов и пигментов, а на их основе лакокрасочных дисперсий. Однако нет ни одного акта испытаний их в специализированных организациях.

– Хотелось бы видеть таблицу с характеристикой основных продуктов, и указанием степени их подготовленности к реализации.

– В работе приведено значительное количество технологических схем. Было бы неплохо привести ориентировочную экономическую оценку наиболее «продвинутой» технологии.

– В тексте автореферата и диссертации имеются опечатки (стр.10 автореферата вместо 100 к 1 и далее, написано 10 к 1) и редакционные неточности, например на стр. 32, рис.1 8 - в названии степень завершенности сорбции, а почему не степень извлечения катионов из растворов сорбата.

Ведущая организация отмечает, что приведённые замечания являются дискуссионными и не снижают высокой значимости выполненных исследований.

Соискатель имеет **49** опубликованных работ, из них по теме диссертации опубликовано **38** научных работ общим объёмом **39** печатных (учётных издательских) листов, в том числе **2** монографии и **12** статей в научных журналах и изданиях, которые включены в перечень рецензируемых научных журналов и изданий для опубликования основных научных результатов диссертаций, а также **4** работы в зарубежных научных изданиях. Соискателю выдан **1** патент РФ на изобретение, опубликовано **23** работы в материалах всероссийских и международных конференций и симпозиумов. Авторский вклад Акатьевой Л.В. в указанные публикации – не менее 70%.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Гладун В.Д., Акатьева Л.В., Холькин А.И. Синтетические силикаты кальция. М.: Издательство «ИРИСБУК». 2011. 232 с.

В монографии с непосредственным участием соискателя обобщены и систематизированы опубликованные результаты по получению синтетических силикатов кальция, в частности волластонита из техногенного и природного сырья, а также неорганических материалов различного назначения на их основе. Приводятся данные о составах, структуре, физико-химических свойствах силикатов кальция, даны результаты разработок научных основ процессов получения синтетических силикатов кальция, а также материалов на волластонитовой основе, показаны возможности применения синтетических силикатов кальция в качестве наполнителей, пигментов, сорбентов, носителей катализаторов и твёрдых экстрагентов, а также основы для создания современных композиционных материалов.

2. Золотов Ю.А., Холькин А.И., Пашков Г.Л., Кузьмин В.И., Сергеев В.В., Флейтлих И.Ю., Белова В.В., Самойлов В.Г., Гладун В.Д., Акатьева Л.В. Гидрометаллургические процессы переработки нетрадиционного сырья редких и цветных металлов. М.: Форум. 2010. 180 с.

Монография отражает результаты исследований, вошедших в состав работы «Создание и промышленное применение новых экстракционных процессов и комбинированных гидрометаллургических схем для переработки нетрадиционного и техногенного сырья и промышленных продуктов производства редких и цветных металлов». Соискатель в составе авторского коллектива удостоена премии Правительства Российской Федерации в области науки и техники за 2008 г.

3. Акатьева Л.В., Гладун В.Д., Холькин А.И. Применение экстрагентов в процессах синтеза силикатов кальция и материалов на их основе // Химическая технология. 2010. Т.11. № 8. С. 449–461.

Akat'eva L.V., Gladun V.D., and Khol'kin A.I. Use of Extractants in the Synthesis of Calcium Silicates and Calcium Silicate-Based Materials / Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2011. Vol. 45. № 5. P. 702–712.

Соискателем экспериментально исследованы широкие возможности использования экстрагентов в гетерогенных системах в присутствии силикатов кальция.

4. Холькин А.И., Гладун В.Д., **Акатьева Л.В.** Физико-химический анализ как методологическая основа процессов переработки минерального сырья и получения неорганических материалов // Химическая технология. 2011. Т. 12. № 8. С. 449-464.

Khol'kin A.I., Gladun V.D., and **Akat'eva L.V.** Physicochemical Analysis as the Methodological Basis of Mineral Processing and Inorganic Synthesis / Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2012. Vol. 46. № 5. P. 515–527.

В развитие химико-технологических основ процессов совместной переработки различных видов природного и техногенного кальций- и кремнийсодержащего сырья сформулированы методологические принципы и описаны полученные экспериментальные результаты, позволяющие, с одной стороны, разрабатывать рациональные технологические процессы переработки конкретных видов сырья и определять области применения полученных продуктов, а, с другой, осуществлять выбор сырья и технологии переработки для получения материалов с заданными физико-химическими свойствами.

5. **Акатьева Л.В.**, Калинин В.А. Компьютерное моделирование процессов переработки сырья для получения силикатов кальция и композиционных материалов // Химическая технология. 2014. Т.15. № 11. С. 691–697.

Соискателем впервые предложено применение методов компьютерного моделирования для изучения влияния состава и свойств исходного природного и техногенного сырья на технологию его переработки, состав и физико-химические свойства промежуточных и конечных продуктов, а также возможностей применения полученных материалов. В специально разработанные табличные формы (справочники) соискателем внесена предварительно собранная информация о различных видах кальций- и кремнийсодержащего сырья, его происхождении, свойствах и реакционной способности; о современных методах получения силикатов кальция и технологических операциях (стадиях) для реализации каждого метода; о важных физико-химических свойствах готового продукта; о возможных областях применения силикатов кальция с учётом их свойств и, таким образом, показана возможность создания базы данных по силикатам кальция. Разработан алгоритм моделирования технологического процесса получения силикатов кальция.

6. **Акатьева Л.В.**, Иванов В.К., Гладун В.Д., Холькин А.И. Получение наноразмерных порошков гидросиликатов кальция для композиционных материалов // Химическая технология. 2013. Т.14. № 4. С. 199–209.

Akat'eva L.V., Ivanov V.K., Gladun V.D. and Kholkin A.I. Preparation of Nanosized Powders of Calcium Hydrosilicates for the Use in Composite Materials // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2014. Vol. 48. № 4. P. 468–476.

Соискателем лично с применением золь-гель метода из водорастворимого кальций- и кремнийсодержащего сырья в присутствии структурирующих добавок синтезированы нанопорошки гидросиликатов кальция с высокой гранулометрической однородностью. Предложено в качестве структурирующих добавок, влияющих на морфологию и дисперсность порошков силикатов кальция, использовать перспективные и доступные в промышленных объёмах водные стирол-акриловые дисперсии НОВОПОЛ. Исследован процесс образования композитных наночастиц $\text{CaSiO}_3/\text{TiO}_2$ с использованием свежеосаждённого геля гидросиликатов кальция с применением экстракционно-пиролитического метода. Разработан способ получения композиционных титановых пигментов на основе силикатов кальция и установлена возможность их применения в лакокрасочных композициях в качестве заменителя диоксида титана. Разработан способ получения белой водно-дисперсионной акриловой краски на основе синтетических гидросиликатов кальция в виде паст высокой влажности из хлорида кальция и жидкого стекла.

7. Акатьева Л.В., Жилов В.И. Сорбционные свойства синтетических гидросиликатов кальция по отношению к катионам лантаноидов (III) // Химическая технология. 2014. Т.15. № 7. С. 426–434.

Соискателем исследованы сорбционные свойства аморфных и кристаллических нанопорошков силикатов и гидросиликатов кальция, синтезированных из водорастворимого сырья, по отношению к катионам редкоземельных металлов. Установлено, что исследованные образцы обладают высокой сорбционной способностью по отношению к катионам Eu^{3+} , Pr^{3+} , Tb^{3+} , Er^{3+} и могут быть использованы в качестве универсальной основы для получения функциональных порошковых композиционных материалов, содержащих соединения РЗЭ.

8. Акатьева Л.В., Козюхин С.А. Люминофоры на основе синтетических силикатов кальция // Химическая технология. 2014. Т.15. № 7. С. 392–400.

С применением экстракционно-пиролитического метода и сорбционных процессов соискателем получены и исследованы композиционные люминесцентные материалы, активированные ионами редкоземельных элементов.

9. Акатьева Л.В., Баранчиков А.Е., Иванов В.К., Холькин А.И. Получение силикатов кальция с длинноволокнистой (игольчатой) структурой частиц // Химическая технология. 2014. Т.15. № 11. С. 646–652.

Представлены результаты экспериментальных исследований, проведённых непосредственно автором, процессов получения порошков силикатов и гидросиликатов кальция с игольчатой структурой частиц из фосфогипса (техногенного кальцийсодержащего сырья) и натриевой силикат-глыбы (кремнийсодержащего продукта химической промышленности) в гидротермальных и гидротермально-микроволновых условиях.

10. Гладун В.Д., Холькин А.И., Акатьева Л.В. Перспективы создания производства синтетического волластонита в России // Химическая технология. 2007. № 5. С. 201–204.

Gladun V.D., Khol'kin A.I., and Akat'eva L.V. Prospects for Production of Synthetic Wollastonite in Russia / Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2007. Vol. 41. № 5. P. 606–609.

По литературным данным проведён анализ состояния мирового производства природного и синтетического волластонита и областей его применения. Проведена оценка потребительского рынка волластонита в России. Показана целесообразность создания производства синтетического волластонита.

11. Гладун В.Д., Акатьева Л.В., Андреева Н.Н., Холькин А.И. Получение и применение синтетического волластонита из природного и техногенного сырья // Химическая технология. 2004. № 9. С. 4–11.

Соискателем систематизированы данные о свойствах, возможных областях применения и перспективных методах получения волластонита.

12. Акатьева Л.В., Гладун В.Д., Холькин А.И. Способ получения керамического алюмокобальтоксидного пигмента на основе наноразмерного мезопористого синтетического ксонотлита // Пат. РФ № 2493185 от 12.11.2010. Опубл. 20.09.2013.

Соискателем разработаны и описаны методики получения керамических композиционных пигментов, подана заявка на изобретение. С непосредственным участием соискателя пройдены формальная экспертиза и экспертиза по существу.

13. Холькин А.И., Гладун В.Д., Акатьева Л.В. Методологические основы химико-технологических процессов переработки минерального сырья: Химическая технология. Сборник тезисов докладов международной конференции по химической технологии, ХТ'12, Москва: Тип-Топ. 2012. Т.1. С. 68–70.

Результаты работы были представлены соискателем в виде устного доклада на Международной конференции по химической технологии, ХТ'12, Москва, ИОНХ РАН, 18-23 марта 2012 (секционный доклад).

14. Акатьева Л.В., Гладун В.Д., Холькин А.И. Синтетические силикаты кальция в конструкционных и функциональных материалах: Труды VI евразийского симпозиума по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата. Т.1. Якутск. 24-29 июня 2013. Якутск: Ахсаан. 2013. С. 18–24.

Результаты работы были представлены соискателем в виде пленарного доклада на VI евразийском симпозиуме по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата. Институт физико-химических проблем Севера СО РАН. Якутск. 24-29 июня 2013.

На диссертацию и автореферат поступило 11 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв главного научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова Российской академии наук, доктора химических наук, профессора Данилова Вячеслава Петровича без замечаний.

2. Отзыв генерального научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт химии твёрдого тела Уральского отделения Российской академии наук», академика РАН Швейкина Геннадия Петровича без замечаний.

3. Отзыв главного научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт химии твёрдого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук», доктора химических наук, профессора Юхина Юрия Михайловича содержит следующие замечания:

– В табл. 3 автореферата следовало бы указать концентрации исходных компонентов в растворе, а в работе исследовать наряду с влиянием температуры осаждения на размер агломератов получаемых продуктов также и влияние концентрации исходных соединений на их размер.

– В работе в качестве структурирующих добавок, затрудняющих рост кристаллов и препятствующих их агломерации, использованы органические соединения, в частности четвертичные аммониевые основания. В данном случае следовало бы привести содержание органических соединений в конечных продуктах, а также привести в работе данные дифференциального-термического анализа продуктов осаждения.

4. Отзыв заведующего кафедрой технологии стекла и керамики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Белгородский государственный технологический университет имени В.Г. Шухова», доктора технических наук, профессора Евтушенко Евгения Ивановича и доцента кафедры технологии стекла и керамики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Белгородский государственный технологический университет имени В.Г.

Шухова», кандидата технических наук, доцента Бельмаза Николая Сергеевича без замечаний.

5. Отзыв директора по производству ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов», кандидата технических наук Богданова Владимира Ивановича содержит следующие вопросы и замечания:

– В таблице 2, с. 14 приведены данные о влиянии дисперсности частиц синтетических силикатов кальция на их свойства. Каким образом была получена эта информация?

– В процессе получения силикатов кальция с длинноволокнистой структурой частиц предусматривается использование реактора с микроволновым разогревом. Существуют ли подобные промышленные реакторы? Если да, то оценивала ли автор затраты на внедрение данной технологии?

– Учитывая довольно высокую стоимость волластонитовых концентратов, является ли экономически оправданным синтез порошков с субмикронной структурой, что, безусловно, окажет существенное влияние на стоимость конечного продукта?

– Когда и где будет осуществлено внедрение разработанных технологий?

– Описывая основные положения, составляющие научную новизну работы (с. 6), автор отмечает, что генезис сырья определяет свойства и способы его переработки, делая акцент на том, что указанные особенности были установлены (по всей видимости, экспериментальным путём). Но разве эти положения не являются очевидными? В чём заключается вклад автора? Подобные утверждения встречаются на с. 10 и с. 12.

6. Отзыв заведующего лабораторией сорбционных процессов Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук, доктора физико-математических наук Фомкина Анатолия Алексеевича без замечаний.

7. Отзыв ведущего научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии и химической технологии

Сибирского отделения Российской академии наук, доктора технических наук Патрушева Валерия Васильевича без замечаний.

8. Отзыв ректора, заведующего кафедрой «Оборудование и технология сварочного производства» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Волгоградский государственный технический университет», члена-корреспондента РАН, доктора технических наук, профессора Лысака Владимира Ильича и доцента кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Волгоградский государственный технический университет», кандидата технических наук Зорина Ильи Васильевича содержит в качестве замечания указание на то, что отсутствуют сравнительные данные о количестве силиката кальция, синтезированного несколькими исследуемыми гидрохимическими процессами.

9. Отзыв заместителя директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института материаловедения Хабаровского научного центра Дальневосточного отделения Российской академии наук, доктора технических наук Ершовой Татьяны Борисовны по содержанию и оформлению автореферата имеет следующие замечания:

- на с. 14 в табл. 2 имеются обозначения L и D, о значении которых следует догадаться;
- на с. 6 в научной новизне непонятно: 5 или 6 пунктов;
- Чрезсчур подробно представлены методы исследований и анализа (глава 3).

10. Отзыв профессора кафедры химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета) член-корреспондента РАН, доктора химических наук Жабрева Валентина Александровича содержит вопрос, который, по мнению автора отзыва, может вызвать наибольшую дискуссию:

– это вопрос о семизвенной формуле взаимосвязи отдельных стадий и характеристик исходных, промежуточных и конечных продуктов «сырьё–технология–состав–структура–дисперсность–свойство–применение» для процессов переработки минерального и техногенного сырья и получения композиционных материалов различного назначения (рис.1). Диссертант вводит в свою формулу взаимосвязи отдельных стадий технологического процесса еще два звена – дисперсность и применение. Конечно, влияние наноразмерных включений на свойства материала является новым подходом, но в каждом отдельном случае надо рассматривать не только дисперсность, но и количество нановключений. Получить в целом, даже с учётом варьирования методики, в ходе эксперимента при одинаковых ступенях семизвенной цепи трехмерный нанокомпозит не удаётся. Дальше, процессы агрегации в таком композите, приведут к изменению свойств. Наверное, в имеющейся области «применение» необходимо включать такие понятия как эксплуатационная надежность, долговечность.

11. Отзыв заведующего кафедрой фундаментальной химии Новомосковского института (филиала) ФГБОУ ВПО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева» доктора химических наук, профессора Кизима Николая Фёдоровича имеет следующие замечания:

- автореферате не приведено достаточное обоснование утверждению, что семизвенная методологическая схема (с. 11) является развитием метода физико-химического анализа;
- не пояснено, к каким осадкам свежеосажденным или «созревшим» относятся данные по размерам агломератов (табл. 3, с. 19);
- не дописано уравнение 1, с. 29.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается следующим. Официальный оппонент Гордиенко Павел Сергеевич является признанным специалистом в области комплексной переработки минерального сырья и техногенных отходов, занимается разработкой методов получения силикатов кальция и композиционных материалов на их основе. Официальный оппонент Шилова Ольга Алексеевна является ведущим специалистом в области технологии керамики,

коллоидной химии и золь-гель синтеза композиционных материалов различного назначения. Официальный оппонент Макаров Николай Александрович является известным специалистом по оксидной керамике различного назначения.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук проводит фундаментальные научные исследования и занимается прикладными разработками в области создания научных основ комплексной экологически безопасной переработки природного, техногенного сырья и горнорудных отходов, содержащих редкие, благородные и цветные металлы, и получения новых высокоэффективных материалов.

В дискуссии приняли участие: член-корреспондент РАН, доктор технических наук **Алымов Михаил Иванович** (заведующий лабораторией физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук, директор Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН); академик РАН, доктор химических наук **Бузник Вячеслав Михайлович** (главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материалов им. А.А. Байкова Российской академии наук, директор Инновационно-технологического центра Российской академии наук); доктор химических наук, доцент **Иванов Владимир Константинович** (заведующий лабораторией химической синергетики Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук); доктор технических наук **Евгений Иванович Сузальцев** (заведующий лабораторией высокотермостойких, неорганических, радиопрозрачных материалов Государственного научного центра Российской Федерации «ОНПП «Технология»); академик РАН, доктор химических наук **Холькин Анатолий**

Иванович (заведующий лабораторией химии и технологии экстракции Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук), доктор технических наук, профессор **Гладун Виктор Деамидович** (заведующий кафедрой экологии технологических процессов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Егорьевский технологический институт (филиал) МГТУ «Станкин»), член-корреспондент РАН, доктор технических наук **Баринов Сергей Миронович** (заместитель директора, заведующий лабораторией керамических композиционных материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук).

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны процессы совместной переработки различных видов природного и техногенного кальций- и кремний содержащего сырья для получения силикатов кальция и композиционных материалов;

предложены методологические рекомендации, позволяющие, с одной стороны, разрабатывать рациональные технологические процессы переработки конкретных видов сырья и определять области применения полученных продуктов, а, с другой, осуществлять выбор сырья и технологии переработки для получения материалов с заданными физико-химическими свойствами;

доказана перспективность использования экстрагентов, блокирующих процессы агрегации продуктов, при получении тонкодисперсных, в том числе, наноразмерных порошков гидросиликатов и силикатов кальция из водорастворимого сырья.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что генезис кальций- и кремний содержащего сырья из первичных и вторичных пород также, как и происхождение техногенного сырья определяют их фазовый, химический, гранулометрический составы и, соответственно, реакционную способность и способы их переработки.

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован комплекс существующих базовых методов исследования, в том числе, классические и современные методы неорганического синтеза; методы физико-химического исследования фазового состава, морфологических особенностей и поверхностных свойств порошков силикатов кальция и специфических свойств композиционных материалов на их основе.

изложены идеи о взаимосвязи характеристик исходного сырья с методами его переработки, условиями синтеза, свойствами и характеристиками промежуточных и конечных продуктов, областями их применения для процессов переработки минерального и техногенного сырья и получения композиционных материалов различного назначения;

раскрыты закономерности получения гидросиликатов кальция с длинноволокнистой (игольчатой), в том числе нановолокнистой структурой частиц с соотношением длины к диаметру кристаллов 100 к 1 и более в гидротермально-микроволновых условиях;

определены оптимальные условия переработки различных видов кальций- и кремнийсодержащего сырья для получения тонкодисперсных порошков силикатов кальция.

изучено влияние водных эмульсий солей четвертичных аммониевых оснований, силоксан-акрилатных эмульсий, стирол-акриловых дисперсий на морфологию и размер частиц формирующейся фазы гидросиликатно-кальциевого продукта в процессах синтеза силикатов кальция из водорастворимого сырья;

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

разработан гидротермальный автоклавный технологический процесс получения гидросиликатов кальция из фосфогипса и силикат-глыбы, проведены укрупнённые лабораторные испытания;

определены перспективы применения предложенных технологических процессов получения синтетических силикатов кальция, в том числе, волластонита в практике; в частности, в результате совместной работы с ООО НПП «ВЭКОС» (г. Воскресенск Московской области) создан макет

промышленного производственного модуля для получения волластонита низкотемпературным безавтоклавным гидрохимическим методом на основе переработки конденсированных отходов АО «Воскресенские минеральные удобрения» – фосфогипса и кремнегеля; проектная мощность установки составляет 1000 тонн синтетического волластонита в год;

создана интерактивная база данных с возможностями пополнения и обновления, включающая информацию: о видах кальций- и кремний содержащего сырья, его происхождении, свойствах и реакционной способности; о современных методах получения силикатов кальция и технологических операциях (стадиях) для реализации каждого метода; о важных физико-химических свойствах готового продукта; о возможных областях применения силикатов кальция с учётом их свойств.

разработаны способы и последовательность технологических операций получения композиционных наноматериалов на основе синтетических силикатов кальция с высокими эксплуатационными свойствами, в частности, разработаны способы получения керамических синего алюмокобальт-оксидного и белого титанового пигментов, проведены лабораторные испытания, получен 1 патент на изобретение.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

экспериментальные результаты получены на современном российском и зарубежном сертифицированном оборудовании; показана сходимость результатов параллельных опытов и воспроизводимость разработанных методик; использован комплекс взаимодополняющих физико-химических методов исследования состава, структуры и свойств синтезированных образцов силикатов кальция и композиционных материалов на их основе; достоверность результатов инструментальных методов физико-химического анализа обеспечена использованием современных приборов, отвечающим требованиям ГОСТа, и привлечением высококвалифицированных специалистов;

теория построена на взаимосогласующихся результатах исследований в области изучения процессов синтеза силикатов кальция из различных видов кальций- и кремний содержащего сырья и согласуется с опубликованными

экспериментальными данными по теме диссертации; предложенные методы и подходы не уступают мировому уровню;

идеи, заложенные в основе диссертации, базируются на обобщении имеющихся литературных данных и накопленного опыта научного коллектива;

использованы методики и подходы к направленному получению материалов с заданными свойствами, предложенные в современных литературных источниках;

установлено качественное совпадение экспериментальных результатов соискателя и других данных по исследованию сорбционной способности и других свойств синтетических силикатов и гидросиликатов кальция, опубликованных в статьях и справочниках научно-технической информации в нашей стране и за рубежом;

использованы современные компьютеризированные методики сбора, обработки и анализа информации, включая алгоритмы поиска статей в электронных библиотеках и web-ресурсах журналов, патентов в электронных базах Роспатента, европейского и американского патентных ведомств, пакеты программ для статистической обработки результатов эксперимента.

Личный вклад соискателя состоит в постановке целей и задач исследований, разработке экспериментальных методик, участии в проведении экспериментов, выполнении анализов и физических исследований, обработке экспериментальных данных, анализе и обобщении полученных результатов, в апробации результатов работы на российских и международных конференциях, подготовке основных публикаций по выполненной работе. Диссертация является результатом обобщения исследований, выполненных лично автором и при его непосредственном участии в период 2004–2013 гг. в лаборатории химии и технологии экстракции Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН.

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» в пунктах 1, 2, 3, 4 формулы специальности и пункте 1, подпунктах 1.2, 1.4 области исследований.

Диссертационный совет пришёл к выводу, что диссертация Л.В. Акатьевой является законченным научно-исследовательским трудом, выполненным на высоком научном уровне. В работе на основании выполненных автором исследований и разработок осуществлено решение научной проблемы создания химико-технологических основ процессов переработки различных видов природного и техногенного кальций- и кремнийсодержащего сырья, имеющей важное значение для реализации технологий синтетических силикатов кальция и материалов на их основе. В диссертации изложены новые научно обоснованные технологические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны, совокупность которых можно квалифицировать как новое крупное достижение в развитии перспективного направления в технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Диссертация Л.В. Акатьевой представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям п. 9. «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к докторским диссертациям, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013г. № 842.

На заседании 12.02.2015 г. диссертационный совет принял решение присудить Акатьевой Лидии Викторовне учёную степень доктора технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 9 докторов наук по специальности – 05.17.11, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени 17, против присуждения учёной степени нет, недействительный бюллетень 1.

Заместитель председателя
Диссертационного совета Д 002.060.04
член-корреспондент РАН,
доктор технических наук

Учёный секретарь
Диссертационного совета Д 002.060.04
кандидат геолого-минералогических наук

«____» февраля 2015 г.

С.М. Баринов

С.Н. Ивичева

