

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного  
бюджетного учреждения науки Ордена  
Трудового Красного Знамени Институт  
химии силикатов им. И.В. Гребенщикова  
Российской академии наук,

доктор технических наук  
Кручинина Ирина Юрьевна

« 26 » сентября 2021 г.



## ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу

Тычинской Марии Сергеевны на тему «Исследование по совершенствованию технологии изготовления крупногабаритных изделий на основе водных суспензий кварцевого стекла», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов»

### Актуальность темы

Головной антенный радиопрозрачный обтекатель является одним из основных элементов высокоскоростных ракет и представляет собой конструкцию из керамической оболочки и металлического шпангоута, соединенных между собой посредством слоя кремнийорганического герметика.

В качестве объектов представленного исследования выбраны головные антенные радиопрозрачные обтекатели из кварцевой керамики, технология изготовления которых известна на протяжении более 50-ти лет. Несмотря на это, ее совершенствование является важной научно-технической задачей, поскольку в современном мире требования к качеству готовых изделий постоянно растут. Актуальной является разработка новых методов улучшения характеристик керамического материала и повышения надежности клеевого соединения оболочки и шпангоута. Таким образом, тема диссертации и круг рассмотренных вопросов достаточно научно обоснованы.

### Научная новизна исследований и полученных результатов

Диссертант выполнил исследование, в ходе которого разработал две новые методики, одну новую технологию, что подтверждено тремя патентами Российской Федерации на изобретение: RU 2640778, 2018 г.; RU 2661216, 2018 г.;



RU 2694116, 2019 г. Кроме того, по результатам работы подано две заявки на выдачу патентов Российской Федерации на изобретение. В работе диссертант не только впервые использовал нестандартный новый подход к решению вопроса снижения количества дефектов в изделиях, а именно, статистический анализ вероятности образования трещин в керамических заготовках, но и предложил научное обоснование полученных результатов с точки зрения физико-химических превращений диоксида кремния в водных суспензиях на основе кварцевого стекла. Также диссертантом была разработана и опробована новая конструкция установки для вакуумирования шликера, которая впервые позволила осуществить непрерывный цикл операций при изготовлении крупногабаритных заготовок из кварцевой керамики, включающий вакуумирование шликера на основе кварцевого стекла и подачу шликера в гипсовую форму из той же емкости при формовании изделий.

Среди полученных новых научных результатов следует отметить следующее:

– на основе анализа физико-химических превращений субмикрочастиц  $\text{SiO}_2$  в шликере на основе кварцевого стекла и данных по дзета-потенциалу системы выявлено влияние pH и продолжительности стабилизации шликера на вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики;

– установлено, что вакуумирование шликера возможно осуществлять в рамках технологии изготовления крупногабаритных изделий из кварцевой керамики для повышения однородности и уровня значений плотности керамического материала, а также для сокращения количества раковин в изделиях;

– показано, что для выявления и идентификации дефектов в структуре кварцевой керамики целесообразно использовать визуально-оптический метод, основанный на эффекте ослабления интенсивности светового потока при прохождении света через дефект в структуре материала; разработана научно-обоснованная методика визуально-оптического контроля поверхности изделий из кварцевой керамики;

– установлено, что автоматический способ перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума позволяет добиться увеличения и стабилизации значений прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации; впервые разработана технология приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума для использования в качестве эластичного адгезива при соединении оболочки из кварцевой керамики с металлическим шпангоутом.

**Практическая значимость исследований и полученных результатов**



Важным практическим результатом является внедрение большинства разработанных в рамках исследования методик и технологий в серийное производство головных антенных радиопрозрачных обтекателей в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина». Диссертант не только провел экспериментальное исследование, но и полностью осуществил апробацию и внедрение большинства полученных результатов в действующую технологию, что, дало положительный экономический эффект. Так, например, уменьшилось количество несоответствующей продукции.

В частности, в диссертации отмечена следующая практическая значимость полученных результатов:

- разработаны рекомендации по регулированию технологических параметров приготовления шликера на основе кварцевого стекла, обеспечивающие снижение количества трещин при производстве головных антенных обтекателей (рН шликера в диапазоне 6-7, продолжительность стабилизации шликера 5-6 суток);

- установлено, что вакуумирование шликера на основе кварцевого стекла перед формованием крупногабаритных заготовок позволяет повысить уровень значений плотности керамического материала на  $0,01 \text{ г/см}^3$  и улучшить ее однородность более, чем на 30 %, а также сократить количество раковин в изделиях из кварцевой керамики за счет удаления воздуха из шликера;

- разработана методика визуально-оптического контроля изделий из кварцевой керамики на наличие дефектов (трещин, раковин, включений) в процессе механической обработки оболочек; внедрение методики визуально-оптического контроля в технологический процесс производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики позволило уменьшить трудоемкость процесса механической обработки в 2 раза и сократить количество несоответствующей продукции на 13 %;

- разработана технология автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ», внедрение которой в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики позволило добиться увеличения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл до 17 % и уменьшения разброса значений прочности на 37 %, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации.

### **Степень обоснованности и достоверности**

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений, содержащихся в диссертации, подтверждается соответствием их основным положениям теории получения кварцевой керамики, рядом публикаций,



применением современных методов исследования, большим объемом полученных экспериментальных данных, совпадением ряда зависимостей с экспериментальными данными ранее проведенных исследований, обоснованием исходных предпосылок и принятых допущений, а также согласованием результатов, полученных с использованием нескольких различных подходов к решению поставленных задач.

### **Публикации по результатам работы**

Основные результаты диссертации достаточно полно отражены в семи научных статьях в журналах, входящих в международные базы цитирования Scopus и Web of Science, трех патентах на изобретения РФ, доложены и обсуждены на семи всероссийских и международных научно-практических конференциях.

### **Замечания по тексту диссертации и автореферата следующие:**

1. В диссертации недостаточно раскрыта новизна используемого метода вакуумирования шликера. Этот метод является известным и активно используется для повышения плотности керамических отливок. Диссертанту следовало бы сделать больший акцент на отличительные особенности проведенных им экспериментов и, в том числе, привести изображение используемого устройства для вакуумирования.

2. В п. 3.1 указано, что центрифугирование проводили при частоте вращения ротора 3000 об/мин, но отсутствует обоснование выбора данного значения. Не совсем понятно, почему диссертант ограничился именно этой частотой и не провел дополнительных экспериментов.

3. Работа направлена на совершенствование технологии изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики, однако в тексте диссертации и автореферата отсутствуют общие количественные показатели того, как предложенные им технические решения повлияли на производство изделий в целом. Было бы целесообразно рассчитать и привести в тексте общий показатель, например, коэффициент запуска продукции, до и после внедрения новых методик и технологий, чтобы более наглядно оценить положительный эффект от проведенной работы.

4. Когда Диссертант говорит о субмикрочастицах кварцевого стекла, какой размер этих частиц подразумевается? Как Вы его определяете?

5. Кажущаяся плотность — это плотность исходного кварцевого стекла или полученного из кварцевого стекла материала? Нужно в каждом случае конкретизировать. От чего она зависит?

6. Термин «Трещина в структуре кварцевого стекла», используемый Диссертантом в автореферате, нужно заменить. Когда мы говорим о структуре



кварцевого стекла, то используем терминологию классиков по изучению строения стекла (Лебедев, Порай-Кошиц, Захариасен, Уоррен). Термин «трещина» уместен при описании свойств полученного Вами материала.

7. Насколько объективна оценка с помощью «визуально-оптического метода»?

8. Что определяет вид брака в большей степени: первичные трещины (неоднородности в материале) при его синтезе, о которых пишет Диссертант, или роль вторичных трещин, связанных с возникновением напряжений в керамике и их релаксацией (зависит от скорости резания), тоже существенна?

9. В разделе «Научная новизна» говорится о физико-химических превращениях частиц  $\text{SiO}_2$ . Что имеется в виду?

10. Насколько целесообразно применение титриметрического метода и как с помощью приведенных уравнений химических реакций можно определить концентрацию субмикронееднородных частиц  $\text{SiO}_2$  в шликере? Необходимо пояснить величину коэффициента 1,5 (почему именно такая).

11. Определяли ли изоэлектрическую точку (рис.22)? Чему она равна? Как стабилизировали значение pH в интервале 6-7? Вводили ли добавки?

12. Необходимо оценить роль размера частиц  $\text{SiO}_2$  в шликере на плотность. Каков критический размер? Каково распределение частиц по размеру? Как определяли?

13. Контролировали ли фазовый состав полученной керамики? Образуется ли кристобалит?

14. Как обосновывается практическая значимость изменения плотности материала на  $0.01 \text{ г/см}^3$ ? Есть ли корреляция между плотностью и однородностью, между плотностью и другими параметрами? Какова точность определения плотности?

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

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренная диссертация Тычинской М.С. является законченной научной работой, имеющей внутреннее структурное единство, в которой успешно решена важная научно-техническая задача, имеющее производственное значение для оборонной промышленности. Исследована возможность совершенствования технологии изготовления головных антенных радиопрозрачных обтекателей из кварцевой керамики и разработаны методы, обеспечивающие получение качественных керамических изделий.



Автореферат отражает основное содержание диссертации, результаты которой достаточно полно опубликованы в ведущих журналах, патентах и трудах научных конференций.

Работа полностью соответствует требованиям ВАК РФ (п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор – Тычинская Мария Сергеевна, достойна присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Диссертационная работа Тычинской М.С. рассмотрена и обсуждена на заседании Научного семинара «Стекло: наука и практика» ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН. Результаты голосования: «за» - 17 чел., «против» и воздержавшихся - нет, протокол № 1 от «20» апреля 2021 года.

Отзыв составил:

заместитель директора по научной работе ИХС РАН,  
к.х.н. Наталья Геральдовна Тюрнина  
02.00.04 – Физическая химия  
Тел. (812) 325-28-96, E-mail: turnina.ng@iscras.ru

заведующая лабораторией физической химии стекла, д.х.н., доцент  
Татьяна Викторовна Антропова  
02.00.04 – Физическая химия  
Тел. (812) 325-49-94, E-mail: antr2@yandex.ru

Подпись И.Г. Тюрниной и Т.В. Антроповой заверяю



**О.В. Круглова**

Данные о ведущей организации: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов имени И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН)

199034, г. Санкт-Петербург, наб. Макарова, д. 2, тел. +7 (812) 328-07-02, эл. почта: [ichsran@isc.nw.ru](mailto:ichsran@isc.nw.ru)