

О Т З Ы В

официального оппонента на диссертационную работу Акатъевой Лидии Викторовны на тему: «Развитие химико-технологических основ процессов переработки сырья для получения силикатов кальция и композиционных материалов, представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Актуальность темы. Диссертация Л.В. Акатъевой посвящена чрезвычайно важной проблеме – разработке химико-технологических основ получения синтетических силикатов кальция и композиционных материалов на их основе, являющихся широко используемым сырьем для целого ряда промышленно важных технологий – производство адсорбентов, в том числе, для очистки воды, носителей катализаторов, лакокрасочных композиций, фармацевтических препаратов, материалов электронной техники, керамических изделий. При этом известно, что структура и свойства синтетических силикатов кальция и получаемых на их основе микро- и нанокомпозитов существенно зависят от исходного сырья и целого ряда технологических факторов, характеризующих условия переработки сырья и синтеза материалов, которые весьма непросто учесть при эмпирическом переборе и поиске оптимальных методик и режимов технологических процессов. Поэтому чрезвычайно своевременным – актуальным является диссертационное исследование Л.В. Акатъевой, которая на базе тщательно проведенного анализа современных методов получения и областей применения силикатов кальция (прежде всего, со стехиометрическим соотношением $\text{CaO} : \text{SiO}_2 = 1:1$) разработала электронную базу данных, в которую вошли сведения об исходном сырье, методах синтеза силикатов

кальция, методик их исследования, областей применения. Значительная доля исходного сырья, которое рассматривается в диссертации Л.В. Акатьевой – это отходы различных производств, что чрезвычайно важно с точки зрения рационального природопользования. Таким образом, *тема диссертации Л.В. Акатьевой – несомненно, актуальна*. Она полностью соответствует п. 6 Приоритетного направления развития науки, технологий и техники в Российской Федерации – «Рациональное природопользование» и в значительной степени п. 2 «Индустрия наносистем».

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций. На защиту Л.В. Акатьева вынесла 7 Положений, которые она убедительно обосновывает, опираясь на анализ современного состояния проблемы, большое число экспериментальных исследований, проведенных с использованием современного оборудования и общепринятых и оригинальных методик исследования. Среди защищаемых Положений особенно хотелось бы выделить многоплановый подход к *физико-химическому анализу как методологической основе процессов переработки и получения силикатов кальция и композитов на их основе*. Опираясь на труды классиков – Н.С. Курнакова, Г.В. Самсонова, И.В. Тананаева и ряда других, Л.В. Акатьева творчески переосмыслила формулу взаимосвязи отдельных стадий и характеристик исходных, промежуточных и конечных продуктов: «сырье-технология-состав-структура-дисперсность-свойство-применение». В результате сформировался научно-обоснованный формализованный подход – семизвенная методологическая схема процессов переработки природного и техногенного сырья. Такой формализованный подход к выбору сырья и оптимальных условий его переработки и синтеза силикатов кальция удобно использовать для моделирования процессов, что и было удачно реализовано автором диссертации.

Выводы по диссертации отражают сложную структуру диссертационной работы – это 1) тщательный анализ современного состояния проблемы; 2) разработка новых методологических подходов для выбора исходного сырья, методов его переработки и условий синтеза и применения силикатов кальция и композитов на его основе; 3) разработка новых эффективных способов получения силикатов кальция и микро- и нанокомпозитов на их основе, как из техногенных отходов, так и из высокочистых реактивов (различных видов кальций- и кремнийсодержащего сырья); 4) выявление факторов, влияющих на структуру, морфологию и дисперсность порошков гидросиликатов и силикатов кальция в зависимости от состава исходных продуктов, способов и условий их синтеза.

Следует отметить, что автор свободно ориентируется в результатах большого количества методов синтеза гидросиликатов и силикатов кальция, а также микро- и нанокомпозитов на их основе – это различные варианты гидротермального синтеза, золь-гель технология, в том числе темплатный синтез, синтез в микроэмульсиях, твердофазовый синтез, метод импрегнирования и ряд других.

В результате выполнения диссертационной работы были выявлены интересные явления и найдены корреляционные связи между условиями синтеза и свойствами материалов. Например, показана возможность направленно регулировать в широких пределах (от микронов до нанометров) дисперсность получаемых порошков волластонита и ксонотлита, их пористость, удельную поверхность, степень агрегированности, форму частиц, в том числе получать игольчатые частицы с соотношением длины к диаметру 100/1. Заслуживающими внимания являются оригинальные работы автора диссертации по легированию порошков силикатов кальция соединениями редкоземельных элементов или по созданию на основе порошков силикатов кальция структур по типу «ядро-оболочка».

Работа Л.В. Акатьевой представлена на технические науки, и она имеет *несомненное практическое значение*. Работа насыщена, а иногда даже и перенасыщена, схемами технологических процессов. Так, практическое значение имеют разработки технологических процессов получения пигментов на основе синтетических силикатов кальция. В диссертации очень убедительно доказывается перспективность перехода на это сырье, как альтернатива применяемым в настоящее время наполнителям, в том числе, диоксиду титана. При этом целый ряд разработанных процессов апробирован не только в условиях лабораторий, но и на производстве. Успешно проведены промышленные испытания разработанной технологии получения волластонита из природного сырья, а также укрупненные лабораторные испытания гидротермального процесса получения гидросиликатов кальция из силикат-глыбы и техногенных отходов – фосфогипса (ООО «Будхиминдустрия», Украина, Винницкая область). В Егорьевском технологическом институте (филиале) МГТУ «Станкин» на базе научно-учебного производственного центра создан технологический участок по производству волластонита из фосфогипса и кремнегеля. Создан макет промышленного производства модуля для получения волластонита низкотемпературным безавтоклавным методом на основе переработки конденсированных отходов АО «Воскресенские минеральные удобрения».

Диссертация производит очень хорошее впечатление. Она написана хорошим научным языком, грамотно, практически не содержит орфографических ошибок. По каждой главе и работе в целом сделаны четкие выводы. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

Экспериментальную часть предваряет обширный литературный обзор. В целом список литературы содержит 452 наименования. Литобзор можно было бы посчитать даже избыточным для докторской диссертации. Однако следует признать, что объекты исследования – как исходное сырье, так и получаемые материалы – очень многообразны и, чтобы разобраться в

тонкостях технологий и оптимизировать процессы, действительно, оправдан такой скрупулезный подход к анализу литературы, который продемонстрирован в данной диссертационной работе. Это, в значительной степени, позволило автору создать базу данных, о которой уже говорилось выше. Особенностью литобзора диссертации является и то, что в нем отражены и собственные результаты автора. В принципе, они органично вписались в структуру обзора, однако в ряде случаев это затрудняет восприятие и выделение личного вклада автора.

По материалам диссертации опубликовано достаточное количество публикаций в рецензируемых журналах из перечня ВАК, а также в зарубежных журналах. Полученные результаты нашли отражение в двух монографиях и патенте РФ. Результаты диссертационной работы хорошо апробированы на целом ряде научных конференций, в том числе, проводимых Институтом химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН, где автор выступала с пленарным докладом.

По материалам диссертации возникли следующие вопросы:

1. На стр. 117 описан авторский процесс получения твердых экстрагентов на волластоните. На чем основывается представление автора о том, что «... в органическом растворителе (толуоле) взаимодействие между компонентами в основном определяется образованием водородных связей между молекулами четвертичной аммониевой соли и органической кислоты»?
2. Непонятной является фраза автора на стр. 135 (2-ой абзац): «В фосфогипсе полугидрате РЗЭ содержатся преимущественно в виде гидратированных фосфатов, переходящих при длительном хранении отхода во фториды».
3. На стр. 162 представлена методика золь-гель синтеза тонкодисперсных порошков гидросиликатов кальция. По этому процессу возникло несколько вопросов, а именно:
 - Является ли эта методика оригинальной и защищена ли она патентом?

- Каков механизм взаимодействия силоксан-акрилатной эмульсии с солями?
- Достаточно ли температура термообработки 600°C для того, чтобы избавиться от остаточного углерода и не сказывается ли наличие его следов на свойства получаемых материалов?

4. Силоксан-акриловую эмульсию автор рассматривает как барьер для увеличения размера частиц силиката кальция. Выполняет ли она роль темплата?

5. Не совсем понятно, какой фактор является доминирующим при образовании кристаллов гидросиликата кальция игольчатой формы – это результат гидротермального или микроволнового воздействия, или это действие фосфогипса?

6. Несмотря на анонсирование автором диссертации микроволнового нагрева, это процесс не вошел ни в одну из представленных технологических схем (Рис. 32 и рис. 5 Приложения).

7. Не обосновано применение каприловой кислоты для получения соединений РЗЭ. Как указывает автор, в результате перевода нитратов в каприлаты образуется паста (с. 222); в этом случае количественное изъятие пасты с поверхности водной фазы и ее дозирование может быть затруднено и ухудшит воспроизводимость свойств материалов.

8. Технология получения оболочковых пигментов, как альтернатива диоксидам титана чрезвычайно интересна. Рассчитывалась ли экономическая эффективность этой замены?

Вышеперечисленные вопросы являются дискуссионными и скорее отражают многоплановость работы и перспективность продолжения исследований в этой области.

Заключение. 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.

Диссертационная работа отвечает критериям Положения о порядке присуждения ученых степеней, а ее автор Акатьева Лидия Викторовна заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент: заведующая лабораторией неорганического синтеза Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН (ИХС РАН), д.х.н., профессор О.А. Шилова

Рабочий адрес: ИХС РАН, наб. Макарова, 2, 199034, Санкт-Петербург, Россия; тел.: +7 812 325-2113 (раб.), e-mail: olgashilova@bk.ru

Подпись официального оппонента заверяю:

Зам. директора ИХС РАН по научной работе, д.т.н. И.Ю. Кручинина

