

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук, профессора

Яценко Елены Альфредовны

на диссертационную работу **Романенко Анастасии Андреевны** на тему:
«Стеклополиалканатный цемент на основе стекла системы SrO–Al₂O₃–SiO₂–P₂O₅–F», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Для отзыва были представлены:

- диссертационная работа, состоящая из введения, 5 глав, заключения, списка литературы, содержащего 202 наименования, 6 приложений; объем работы 159 страниц машинописного текста с 47 таблицами и 132 рисунками;
- автореферат диссертации на 22 страницах.

Актуальность темы диссертационной работы

Стеклополиалканатный цемент относится к широко применяемым в стоматологии материалам. На сегодняшний день применение импортных стоматологических материалов ограничено в связи с их высокой стоимостью, а также перебоями в их поставках. В этой связи, разработка технологии получения стеклополиалканатного цемента способствует повышению доступности и эффективности стоматологического лечения пациентов. Следует отметить, что основной трудностью при производстве отечественных стоматологических материалов является отсутствие необходимого сырья. Таким образом, разработка энергосберегающей технологии получения алюмосиликатного стекла способствует расширению отечественной сырьевой базы медицинской промышленности.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов по Постановлению Правительства РФ № 218 от 9 апреля 2010 г. (Договор № 075-11-2021-055 от 24.06.2021) и по программе «Умник» Фонда содействия инновациям (Договор 16471ГУ/2021 от 31.05.2021).

Работа направлена на реализацию политики импортозамещения и является весьма актуальной.

Общая характеристика работы

Во введении соискателем обоснована актуальность темы диссертационной работы, определена степень разработанности данной темы, сформулированы цель и задачи работы, отмечена научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, методология, методы и объекты исследования, определены положения, выносимые на защиту, показана достоверность результатов исследований.

В первой главе обобщены и проанализированы имеющиеся в научной литературе сведения о составе стеклополиалканатного цемента, его значимых для

клинического применения характеристиках. Рассмотрены вопросы, посвященные разработке технологии алюмосиликатного стекла, как основного компонента данных цементов. На основании проведенного анализа литературы определены требования к разрабатываемым материалам.

Во второй главе приведены характеристики используемых сырьевых материалов и методов исследования.

В третьей главе приведена разработка составов стекол системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2-\text{F}$, а также результаты оптимизации технологических параметров варки данных стекол, заключающейся в снижении температуры и времени выдержки, а также предварительной подготовке шихты. Также приводятся результаты исследования влияния химического состава и концентрации интенсификатора на измельчение разработанного стекла.

В четвертой главе соискателем приводится разработка стеклополиалканатного цемента на основе разработанного стекла системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2-\text{F}$. Разработаны технологические параметры измельчения стекла и состав цемента. Определено влияние концентрации регулятора сроков схватывания и соотношения твердой и жидкой фазы на свойства цемента. Проведен сравнительный анализ основных функциональных свойств разработанного стеклополиалканатного цемента и его 18 аналогов.

В пятой главе представлены результаты разработки метода определения адгезии стоматологических материалов к конструкционным материалам зубных протезов и твердым тканям зуба, воспроизводящий процесс фиксации протеза на зуб, а также двух устройств для пробоподготовки. При помощи разработанного метода определена адгезия разработанного цемента и его аналогов к диоксиду циркония и КХС, а также дентину зуба.

В заключении представлены обобщенные выводы диссертационного исследования, рекомендации и перспективы дальнейших исследований.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций

Научные положения, выводы и рекомендации сформулированы на основании полученных экспериментальных результатов с использованием современных методов исследования, не противоречат результатам изысканий других авторов и соглашаются с имеющимися в литературе сведениями в области синтеза алюмосиликатных стекол и изготовления материалов на его основе.

Новизна научных положений, выводов и рекомендации диссертационной работы заключается в следующем:

Автором установлены закономерности влияния интенсификаторов на распределение активных центров и их суммарное содержание при измельчении стекла системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5-\text{F}$, заключающийся в повышении суммарного содержания активных центров с 1,69 до 2,29 и 2,88 ммоль/см² в присутствии интенсификаторов на основе полипропиленгликоля и глицерина и на основе изопропаноламина, его

снижении до 1,08 ммоль/см² в присутствии интенсификатора на основе этаноламина и этиленгликоля. В присутствии интенсификаторов наблюдается снижение содержания активных центров с рKах=12,8 и рост количества центров с рKах = - 0,3, 1,2, а также 4,1 и 8,0 для образцов, полученных при помоле с интенсификаторами на основе полипропиленгликоля и глицерина и на основе изопропаноламина. Интенсификатор на основе этаноламина и этиленгликоля способствует блокированию большей части Бренстедовских кислотных (рKa=4,1) и основных (рKa=8 и 8,8).

Установлен характер влияния интенсификаторов на кинетику измельчения стекла системы SrO–Al₂O₃–SiO₂–P₂O₅–F, заключающийся в повышении удельной поверхности с 5076 до 5244, 5669 и 5578 см²/г в присутствии 0,05 масс.% интенсификаторов на основе полипропиленгликоля и глицерина, на основе изопропаноламина, на основе этаноламина и этиленгликоля соответственно.

Установлен характер влияния концентрации интенсификатора на основе этаноламина и этиленгликоля на кинетику измельчения стекла системы SrO–Al₂O₃–SiO₂–P₂O₅–F, заключающийся в возрастании величины удельной поверхности в присутствии 0,05 и 0,1 масс.% интенсификатора и отсутствии дальнейшего возрастания удельной поверхности при повышении концентрации до 0,2 масс.%, и на распределение активных центров и их суммарное содержание, заключающийся в снижении суммарного содержания активных центров с 1,74 до 1,16 и 1,70 ммоль/см² в присутствии 0,05 и 0,1 масс.% интенсификатора соответственно и его повышении до 1,82 ммоль/см² при концентрации интенсификатора 0,2 масс.%.

Установлен характер влияния соотношения твердой и жидкой фазы на функциональные характеристики стеклополиалкенатного цемента, заключающийся в снижении рабочего времени от 6 до 1 минуты и времени твердения от 8 до 3,5 минут в диапазоне соотношения твердой и жидкой фазы от 1,3/1 до 2,9/1, а также повышении прочности при сжатии от 81 до 136 МПа в диапазоне соотношения твердой и жидкой фазы от 1,3/1 до 2,3/1 и отсутствии дальнейшего ее повышения до соотношения 2,9/1.

Теоретическая и практическая значимость работы. Автором дополнены теоретические представления в области влияния интенсификаторов на кинетику измельчения стекла системы SrO–Al₂O₃–P₂O₅–SiO₂–F.

Сформулированы теоретические представления о влиянии интенсификаторов на распределение активных центров и их суммарное содержание при измельчении стекла системы SrO–Al₂O₃–P₂O₅–SiO₂–F.

Разработана технология рентгеноконтрастного (эквивалентно 2 мм алюминия) стеклополиалкенатного цемента трех цветов по стоматологической шкале VITA с прочностью 136 МПа и временем твердения 4,5 мин при применении для пломбирования, с прочностью 111 МПа, толщиной пленки 24 мкм и временем твердения 5,5 мин при применении для фиксации, что удовлетворяет требованиям ГОСТ 31578-2012.

Разработан и запатентован метод определения адгезии стоматологических материалов к конструкционным материалам зубных протезов и твердым тканям зуба, воспроизводящий процесс фиксации протеза на зуб, при котором малое количество материала после приложения нагрузки распределяется между зубом и протезом в виде тонкой пленки (не более 50 мкм).

Разработано и запатентовано два устройства, обеспечивающих равномерное распределение испытуемого стоматологического материала при пробоподготовке при

определении адгезии – нагружающее устройство, и основание нагружающего устройства.

Разработаны и запатентованы технологические решения подготовки шихты и составы стекла системы SrO–Al₂O₃–P₂O₅–SiO₂–F с массовым содержанием фтора до 17 %, светопропусканием выше 85% и коэффициентом преломления ~1,50.

Достоверность результатов обеспечивается достаточным объемом исследований с применением широкого спектра современного оборудования и поверенных средств измерения. Полученные данные обладают высокой прецизионностью, соответствуют современному уровню знаний в исследуемой области науки.

Результаты диссертационной работы изложены в 20 научных работах, в том числе: 2 – в рецензируемых российских изданиях из перечня ВАК РФ, 3 – в изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и системы цитирования, рекомендованных ВАК РФ, получено 2 патента на изобретение РФ и 2 патента на полезную модель РФ.

При ознакомлении с материалами диссертационной работы Романенко А.А. возникли следующие вопросы и замечания:

1. Какова экономическая целесообразность использования в составе стекол весьма дорогостоящих компонентов оксид галлия и фторид лантана, насколько это удорожает себестоимость продукта?

2. В тексте диссертации не приведен расчет шихты, что затрудняет проверку разработанных составов с учетом улетучивания фторида.

3. В диссертации отсутствуют сведения о том, при какой толщине стекол было измерено светопропускание.

4. Варка стекол в электрической и газопламенной печи влияет на испаряемость соединений фтора. В диссертационной работе автором не в полной мере объяснены закономерности различий испаряемости фтора в зависимости от типа печи и вида шихты.

5. В диссертации не в полной мере объяснено, по какой причине синтезированные при различных температуре и времени выдержки стекла, имеющие различные показатели преломления и значения плотности, имеют одинаковые значения светопропускания.

6. В диссертационной работе нет достаточно объективного объяснения механизма влияния концентрации интенсификатора на удельную поверхность порошка стекла.

Следует отметить, что высказанные замечания не носят принципиального характера и не влияют на общую положительную оценку диссертации Романенко А.А.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней

Диссертация Романенко Анастасии Андреевны является завершенной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему, в которой содержится решение научной задачи по созданию технологии

стеклополиалкенатного цемента, заключающейся в синтезе стронциевого алюмо-фторсиликатного стекла и его механоактивации с применением интенсификатора помола, имеющей значение для развития соответствующей отрасли знаний – химической технологии в области стекла и композиционных вяжущих материалов.

Учитывая актуальность исследуемых вопросов, научную новизну, теоретическую и практическую значимость полученных результатов, считаю, что диссертационная работа на тему: «Стеклополиалкенатный цемент на основе стекла системы SrO–Al₂O₃–SiO₂–P₂O₅–F» соответствует критериям (пп. 9–14) «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 в действующей редакции), предъявляемым к работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Романенко Анастасия Андреевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент:

Доктор технических наук (специальность
05.17.11 – Технология силикатных и
тугоплавких неметаллических материалов),
профессор, заведующая кафедрой «Общая
химия и технология силикатов» ФГБОУ ВО
«Южно-Российский государственный
политехнический университет (НПИ)
имени М.И. Платова»

Яценко
Елена Альфредовна

«29» октября 2024 г.

Подпись Яценко Е.А. заверяю:
Ученый секретарь Совета вузов



Холодкова
Нина Николаевна

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова»

Адрес университета: 346428, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132, ЮРГПУ (НПИ).

Телефон: +79287639181

E-mail: e_yatsenko@mail.ru