

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук, профессора
Казьминой Ольги Викторовны на диссертационную работу
Романенко Анастасии Андреевны «Стеклополиалкенатный цемент на основе стекла системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-F}$ », представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Актуальность темы исследования

Стеклополиалкенатный цемент широко применяется в ортопедической и терапевтической стоматологии, в том числе при лечении детей. Разработка составов и технологии стронциевого алюмофторсиликатного стекла, являющегося основой для производства данного вида цемента, способствует независимости РФ от дорогостоящих импортных стоматологических материалов. Актуальность диссертационного исследования, направленного на реализацию политики импортозамещения, достаточно обоснована и не вызывает сомнения.

Общая характеристика работы

Для отзыва предоставлена диссертация, изложенная на 159 страницах машинописного текста, которая состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы, содержащего 202 наименования, и 6 приложений, а также автореферат объемом 22 страницы.

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

Первая глава посвящена анализу имеющихся в научной литературе сведений о составе, свойствах, структуре и механизме отверждения стеклополиалкенатного цемента. Особое внимание уделено анализу сведений в области алюмофторсиликатного стекла, являющегося основным компонентом данного цемента. Показаны преимущества стеклоиономерного цемента, заключающиеся в высокой биосовместимости, химической адгезии к твердым тканям зуба и антикоррозионной активности.

Во второй главе приведены характеристики используемых сырьевых материалов и методов исследования. Обоснован выбор объекта исследования – стекла системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-F}$, и получаемые на его основе стеклонаполнитель и стеклоиономерный стоматологический цемент.

В третьей главе представлены результаты по разработке технологии стекла системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-F}$ и стеклонаполнителя на его основе. В работе предложены технологические решения по улучшению процесса варки исследуемых стекол. Приведены результаты исследования влияния использования уплотненной шихты и технологических параметров стекловарения на свойства получаемого стекла. Установлены закономерности влияния химического состава и концентрации интенсификатора на кинетику измельчения исследуемого стекла и распределение кислотно-основных центров. На поверхности образцов. Разработанные составы стекол запатентованы, что указывает на их новизну.

Четвертая глава диссертационной работы посвящена разработке технологии стеклополиалкенатного цемента, включающая получение порошка путем измельчения исследуемого стекла системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2-\text{F}$, и жидкости затворения. Определено влияние концентрации регулятора сроков схватывания и соотношения твердой и жидкой фаз на свойства цемента. Исследованы функциональные свойства разработанного стеклополиалкенатного цемента и его аналогов. Установлено, что разработанный стеклополиалкенатный цемент обладает высокой рентгеноконтрастностью, прочностью и удовлетворяет требованиям ГОСТа 31578-2012,

В пятой главе соискателем разработан и запатентован метод определения адгезии стоматологических материалов к конструкционным материалам зубных протезов и твердым тканям зуба, а также разработано и запатентовано два устройства для пробоподготовки. Приведены результаты определения адгезии стеклополиалкенатных цемента к диоксиду циркония и КХС, а также дентину зуба при помощи данного метода. Разработанный стеклополиалкенатный цемент по показателю адгезии не уступает аналогам.

Заключение диссертационной работы включает основные выводы, рекомендации и перспективы дальнейших исследований.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций

Научные положения, выводы и рекомендации сформулированы соискателем на основании полученных результатов с использованием современных методов исследования, не противоречат результатам изысканий других авторов, а также согласуются с имеющимися в научной литературе сведениями в области синтеза алюмосиликатных стекол и изготовления вяжущих на его основе.

Новизна научных положений, выводов и рекомендаций заключается в следующем:

Установлено увеличение в $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5-\text{F}$ стекле (СИЦ 10F) содержания фтора, обеспечивающего антикариозную активность стеклополиалкенатного цемента, за счет уменьшения потерь его улетучивания при снижении температуры варки и изменения характера кристаллизационной способности стекла, что подтверждается данными дифференциально-термического анализа. Снижение температуры варки таблетированной шихты с 1500 до 1400 °С уменьшает температуру стеклования с 595 до 535 °С и повышает температуру экзотермического эффекта с 785 до 849 °С.

Установлено, что при увеличении соотношения твердой и жидкой фаз от 1,3:1 до 2,9:1 композиции, состоящей из порошка стекла и жидкости затворения, время твердения композиции сокращается с 8 до 3,5 минут. Прочность стеклополиалкенатного цемента при сжатии повышается от 81 до 136 МПа в диапазоне соотношения т:ж фаз от 1,3:1 до 2,3:1 и не изменяется при дальнейшем повышении т:ж до 2,9:1, что обусловлено нарастанием дефектности образцов из-за быстрого набора вязкости цементного теста и началом процесса схватывания при замешивании и заполнении формы.

Установлено, что при сухом помоле исследуемого стекла с добавлением интенсификатора помола в количестве 0,05 % масс. суммарное содержание активных центров на поверхности стеклопорошков увеличивается с 1,69 ммоль/см² до 2,29 ммоль/см² в присутствии полипропиленгликоля и глицерина, до 2,88 ммоль/см² – изопропаноламина и снижается до 1,08 ммоль/см² – этаноламина и этиленгликоля. Удельная поверхность стеклопорошков увеличивается за счет действия поверхностно активных добавок с 5076 до 5244, 5669 и 5578 см²/г в присутствии полипропиленгликоля и глицерина,

изопропаноламина, этаноламина и этиленгликоля соответственно.

Теоретическая и практическая значимость работы

Автором дополнены теоретические представления в области измельчения стекла системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-F}$.

Сформулированы теоретические представления о влиянии интенсификаторов на распределение активных центров и их суммарное содержание при измельчении стекла системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-F}$.

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 $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-F}$ с массовым содержанием фтора до 17 %, светопропусканием выше 85% и коэффициентом преломления $\sim 1,50$.

Достоверность научных положений, выводов и рекомендаций не вызывает сомнений и обеспечена применением широкого спектра современного оборудования и поверенных средств измерения, достаточным объемом и воспроизводимостью экспериментальных данных, а также положительными результатами промышленной апробации.

Результаты диссертационной работы опубликованы 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.

Замечания по диссертационной работе:

1. В первой главе диссертации отмечается, что среди стоматологических пломбировочных материалов стеклополиалкенатные цементы обладают наиболее близким к тканям зуба коэффициентом температурного расширения, значение ТКЛР СЦ составляет $8,0 - 15,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ (табл. 1.8, стр. 30 диссертации). При этом, приведенные на стр. 68 и 70 диссертации (табл. 3.12 и 3.13), экспериментальные значения ТКЛР состава СИЦ10F составляют $57 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}$. Чем объясняется такая разница в значениях?

2. В диссертации на стр. 58 написано, что «при содержании 3 мол. % Ga_2O_3 экзотермический эффект распадается на два максимума, а его форма свидетельствует о том, что характер кристаллизации меняется с объемной на поверхностную около $800 \text{ } ^\circ\text{C}$, что связано с кристаллизацией двух фаз в узком интервале температур от $765 \text{ } ^\circ\text{C}$ до $815 \text{ } ^\circ\text{C}$ ». Однако на

термограмме этого состава СИЦ3G (рис. 3.15) присутствует только один экзоэффект при 811 °С. Вероятно, речь идет о составе СИЦ6G?

3. В диссертации имеется опечатка, в таблице 4.2 (стр. 101) доверительный интервал записан как ± 21 МПа.

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** представляет собой самостоятельно выполненную, завершенную научно-квалификационную работу на актуальную тему, в которой содержится **решение научной задачи** по созданию технологии стеклополиалкенадного цемента, заключающейся в синтезе стронциевого алюмофторсиликатного стекла и его механоактивации с применением интенсификатора помола, имеющей значение для развития соответствующей отрасли знаний – химической технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

На основании вышеизложенного считаю, что диссертационная работа на тему: «Стеклополиалкенадный цемент на основе стекла системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5-\text{F}$ » 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, профессор научно-образовательного центра им. Н.М. Кижнера «Инженерная школа новых производственных технологий», ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»



Казьмина Ольга Викторовна
«16» ноября 2024 г.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», 634050, г. Томск, проспект Ленина, дом 30.

Телефон: +7 9295446038, e-mail: kazmina@tpu.ru

Личную Подпись Казьминой О.В. заверяю:

И.о. ученый секретарь ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»



Новикова В.Д.