

ОТЗЫВ

официального оппонента **Яценко Елены Альфредовны**
на диссертационную работу **Зайцева Сергея Викторовича**
на тему: **«Огнеупорные материалы на основе искусственных керамических
вяжущих муллит-карборундового состава с защитным покрытием»**,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

Актуальность темы диссертации

Усовершенствование ключевых отраслей промышленности, таких как тепловая и атомная энергетика, черная и цветная металлургия, стекольная и химическая промышленность, требует создание и совершенствования огнеупорных материалов с высокими эксплуатационными свойствами при повышенных температурах в агрессивных средах. В этой связи разработка технологии получения огнеупоров на основе искусственных керамических вяжущих (ИКВ) муллит-карборундового состава с защитными структурно-сопряженными покрытиями является актуальной темой исследования. Использование ИКВ карбида кремния и высокоглиноземистого шамота, который также использовался в качестве заполнителя, в сочетании со структурно-сопряженными корундовым и шпинелевым покрытиями позволяет получить огнеупорные материалы с улучшенными физико-механическими и коррозионными свойствами, что особенно важно при эксплуатации в агрессивных условиях.

Решение задач, поставленных в работе Зайцева С.В., позволяет расширить сырьевую базу для производства огнеупоров, дополнить теоретические представления о процессах структурообразования в системах $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-SiC}$, а также внедрению метода нанесения защитных структурно-сопряженных покрытий. В связи с этим исследование Зайцева Сергея Викторовича представляет значительный научный и практический интерес и является актуальным для современного материаловедения.

Общая характеристика работы

На рецензию представлена диссертационная работа и автореферат. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и приложений. Общий объем диссертационной работы составляет 221 страниц, включающие 17 таблицы, 69 рисунков, список литературы из 214 наименований источников работ отечественных и зарубежных авторов, 7 приложений.

Анализируя **введение**, следует отметить, что соискателем обоснована актуальность выбранной темы исследования и показана степень разработанности данной тематики, выявлена значимая научная проблема в данной области исследований, изложены цель и задачи исследования, приведены методы исследования, а также представлены сведения об апробации и внедрении результатов, полученных соискателем в ходе диссертационного исследования.

Первая глава. Соискателем подробно проанализированы сведения из литературных источников по исследуемой проблематике. В работе всесторонне отражены современные тенденции в области разработки огнеупорных материалов,

устойчивых к экстремальным условиям эксплуатации. Освещены перспективы применения материалов, таких как карбиды, нитриды и силициды, а также технологий газотермического, плазменного и детонационного напыления для нанесения защитных покрытий. Отражены основные проблемы, связанные с взаимодействием огнеупоров с агрессивными средами, и предложены пути их решения, включая оптимизацию состава материалов, снижение пористости и управление структурой.

Вторая глава посвящена описанию сырьевых материалов, использованных в работе, их ключевых характеристик, а также методам исследования полученных ИКВ, огнеупоров и нанесенных защитных покрытий. Приведены детали технологических процессов, оборудования и методик, обеспечивающих высокую достоверность и воспроизводимость результатов.

В третьей главе на основании экспериментальных результатов по изучению свойств сырьевых компонентов – высокоглиноземистого шамота и карбида кремния, а также оценки их влияния на структуру и эксплуатационные характеристики ИКВ муллит-карборундового состава, установлены оптимальные технологические параметры их получения. Исследование включало анализ раздельного и совместного помола, что позволило определить рациональное соотношение сырьевых компонентов, обеспечивающее минимальную пористость и высокую прочность. Результаты реологических испытаний подтвердили тиксотропный характер течения суспензий, а микроструктурный и рентгенофазовый анализы выявили формирование защитного муллитового слоя, предотвращающего окисление.

В четвертой главе соискатель исследовал влияние зернового состава заполнителя из высокоглиноземистого шамота трехфракционного состава, а также приведены данные по разработке составов огнеупорных масс из ИКВ и заполнителя методами вибро- и полусухим прессованием на структурообразование огнеупорных материалов, обеспечивающих получение огнеупоров с низкой пористостью, высокой прочностью при сжатии и минимальной усадкой. Для оценки смачиваемости разработана установка, основанная на методе «лежащей капли» с использованием высокотемпературных расплавов, позволяющая определять краевой угол смачивания. Испытания устойчивости разработанных огнеупоров к воздействию расплавов стекла и шлака проводились тигельным методом при температуре 1400 °С. Полученные данные подтвердили значительное повышение коррозионной стойкости разработанных материалов по сравнению с промышленным аналогом МКС-72. Предложена технология производства огнеупорных изделий, включающая подготовку сырьевых компонентов, получение ИКВ по технологии постадийного помола, формование заготовок, их сушку и обжиг при заданных режимах, обеспечивающая высокие эксплуатационные свойства готовой продукции.

Пятая глава посвящена технологическим особенностям детонационного нанесения защитных покрытий на огнеупорные материалы для получения огнеупорных композитов, включая оптимизацию параметров процесса с использованием многокамерного кумулятивно-детонационного устройства (МКДУ). Изучены фазовый состав, структура и свойства покрытий на основе корунда и алюмомагнезиальной шпинели, а также влияние на смачиваемость силикатным расплавом и коррозионную стойкость. Разработана технологическая схема производства композитов «огнеупор – защитное покрытие». Проведена апробация тех-

нологии на опытных установках и промышленных линиях, подтвердившая повышение эксплуатационных характеристик огнеупоров.

Степень обоснованности, новизна и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Обоснованность сформулированных научных положений и выводов основывается на основании полученных экспериментальных результатов с использованием обоснованных методов исследования, не противоречат результатам изысканий других авторов и согласуются с основными научными представлениями в области технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, дополняя и развивая общие принципы применения технологии детонационного напыления для создания защитных покрытий из искусственных керамических вяжущих муллит-карборундового состава.

Полученные результаты исследования используются в учебном процессе при подготовке бакалавров по направлениям «Химическая технология», «Материаловедение и технологии материалов».

Новизна научных положений, выводов и рекомендации заключается в следующем:

Автором разработано научно обоснованное технологическое решение, обеспечивающее получение высокоглиноземистых огнеупоров на основе искусственных керамических вяжущих (ИКВ) муллит-карборундового состава и заполнителя из высокоглиноземистого шамота с защитными структурно-сопряженными покрытиями корунда и шпинели из порошков глинозема и смеси глинозема и периклаза, формируемыми методом детонационного напыления, что позволяет получать изделия с повышенными физико-механическими и коррозионными характеристиками.

Установлен характер влияния технологии получения и состава ИКВ системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-SiC}$ на процессы структурообразования суспензии и защитного слоя материала после обжига. Совместный постадийный мокрый помол карбида кремния и высокоглиноземистого шамота, за счет различия в твердости, обеспечивает повышение интенсивности измельчения и увеличение объемной концентрации твердой фазы по сравнению с раздельным помолом. Выявлено рациональное соотношение $\text{SiC/Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (30/70 %), при котором: происходит изменение характера реологического поведения с тиксотропно-дилатантного на тиксотропный, сопровождающееся резким снижением эффективной вязкости; после обжига при 1300 °С на поверхности в результате кристаллизации муллита формируется защитный слой, обеспечивающий снижение открытой пористости (до 2–3 %) и уменьшение степени окисления SiC в процессе эксплуатации.

Выявлены особенности механизма формирования структурно-сопряженных покрытий на огнеупоре методом детонационного напыления. При нанесении порошков глинозема и смеси глинозема и периклаза (79:21 %) происходит формирование высокотемпературных покрытий: для корундового покрытия – полиморфный переход $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ с остаточной фазой $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (23 %); для шпинельного – за счет диффузионного взаимодействия между MgO и $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ с сохранением избыточного периклаза (11 %).

Достоверность научных положений не вызывает сомнений. Она обеспечена использованием современных стандартных методов исследований, реализо-

ванных на высокотехнологическом оборудовании, позволяющем выполнять исследования на высоком уровне.

Результаты подкреплены теоретическими и экспериментальными исследованиями и промышленными испытаниями, которые не противоречат общепризнанным научным фактам и работам других авторских коллективов.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы логично вытекает из теоретически обоснованной рабочей гипотезы (стр. 72 диссертации), методологии ее реализации (глава 2), включая аналитические исследования и комплекс экспериментальных результатов, которые подтверждают базовую идею возможности создания технологии получения высокоглиноземистых огнеупоров на основе ИКВ муллит-карборундового состава и заполнителя из высокоглиноземистого шамота с защитными структурно-сопряженными покрытиями корунда и шпинели из порошков глинозема и смеси глинозема и периклаза, формируемыми методом детонационного напыления.

Теоретическая и практическая значимость работы заключается в дополнении теоретических представлений о технологии огнеупорных материалов в части расширения спектра сырьевых компонентов за счет использования ИКВ на основе карбида кремния и высокоглиноземистого шамота, а также применения технологии детонационного напыления для создания защитных покрытий.

Разработана технология получения ИКВ на основе высокоглиноземистого шамота и карбида кремния, заключающаяся в совместном постадийном помоле компонентов в соотношении 70:30 % при влажности 13 % с получением суспензии плотностью 2,41 г/см³, объемной концентрации твердой фазы 0,65, содержанием частиц менее 100 нм 1,2 %, остатком на сите № 0,063 менее 4 %. Предел прочности при сжатии отливок ИКВ после обжига при 1300 °С составляет 131 МПа.

Разработаны составы огнеупорных масс для вибро- и полусухого прессования на основе ИКВ и заполнителя из высокоглиноземистого шамота с соотношением 50:50 % и влажностью 6,9 %, которые при удельном давлении прессования 0,1 МПа и 50 МПа, соответственно, температуре обжига 1300 °С, позволяют получать изделия с низкими показателями открытой пористости – 12 и 14 %, соответственно, усадкой при обжиге – 0,35 %, пределом прочности при сжатии 78 и 80 МПа.

Определены оптимальные технологические режимы детонационного нанесения защитных керамических покрытий на поверхности высокоглиноземистых огнеупоров с применением многокамерного кумулятивно-детонационного устройства (МКДУ).

Разработана установка для оценки смачиваемости поверхности огнеупорных материалов, позволяющая использовать в качестве тестовых жидкостей высокотемпературные силикатные расплавы.

Оценка публикаций автора. Результаты диссертационной работы изложены в 19 публикациях, основные положения в 10 статьях в журналах, входящих в перечни рецензируемых научных изданий и международных реферативных баз, рекомендованных ВАК, полученном патенте РФ на изобретение. Публикации в полном объеме отражают основные положения диссертации, что в сочетании с

выступлениями на научных конференциях позволило пройти соискателю апробацию в научно-производственной среде специалистов.

Замечания по содержанию и оформлению диссертационной работы и автореферата

При ознакомлении с материалами диссертации Зайцева Сергея Викторовича возникли следующие вопросы и замечания.

1. В главе 3.7 диссертации описана технология получения ИКВ, однако, не представлены технологические параметры. Рекомендуются уточнить параметры – время помола для каждой стадии и температуру вводимой воды.

2. В диссертации на рис. 3.29 автор при описании различий разработанных составов представляет дифрактограммы, свидетельствующие о формировании муллита, но в тексте отсутствуют данные о количественном соотношении фаз. Каким образом это соотношение может влиять на эксплуатационные характеристики исследуемого материала?

3. В пункте 2 научной новизны соискатель пишет *«Совместный постадийный мокрый помол карбида кремния и высокоглиноземистого шамота, за счет различия в твердости, обеспечивает повышение интенсивности измельчения и увеличение объемной концентрации твердой фазы по сравнению с отдельным помолом»*, однако в литературе известны и другие методы активации сырьевых компонентов. Каков механизм повышения интенсивности измельчения при совместном помоле именно этих материалов, и в чем его преимущество перед другими методами активации?

4. На стр. 3 автореферата соискатель, обосновывая перспективность направления темы исследования, говорит о *«...формирование структурно-сопряженных покрытий на поверхности керамических изделий...»*. Что подразумевается под термином *«структурно-сопряженное покрытие»*.

5. В главе 5.1 приведены параметры МКДУ (например, скорость истечения частиц – до 1600 м/с), но не указано, как эти значения влияют на качество покрытия.

Высказанные замечания и вопросы не влияют на общую положительную оценку диссертации Зайцева С.В.

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

Диссертация **Зайцева Сергея Викторовича** представляет собой самостоятельно выполненную, законченную научно-квалификационную работу на актуальную тему, в которой **содержится решение научной задачи** по разработке технологии получения высокоглиноземистых огнеупоров на основе искусственных керамических вяжущих муллит-карборундового состава с использованием высокоглиноземистого шамота в качестве заполнителя, **имеющей значение для развития** соответствующей отрасли знаний – технические науки, содержащую научные результаты, выводы и рекомендации, отличающиеся новизной, а также теоретической и практической значимостью. Диссертация написана грамотным техническим языком, материал изложен в логической последовательности.

Диссертация и автореферат оформлены в соответствии с требованиями ВАК. Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

В связи с вышеизложенным считаю, что диссертационная работа на тему **«Огнеупорные материалы на основе искусственных керамических вяжущих муллит-карборундового состава с защитным покрытием»** полностью соответствует критериям пп. 9-11, 13, 14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции с дополнениями и изменениями), предъявленных на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, **Зайцев Сергей Викторович**, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент:

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

Яценко Елена Альфредовна

«24» июля 2025 г.

Согласна на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку.

Яценко Е.А.

Подпись Яценко Е.А. заверяю:

Ученый секретарь Совета вуза:



Холодкова Нина Николаевна

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

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

Тел.: +7 (928) 763-91-81

E-mail: e_yatsenko@mail.ru