



МИНОБРНАУКИ РОССИИ

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный
технологический институт
(технический университет)»
(СПбГТИ(ТУ))

Московский пр., д.24-26/29 лит. А, г. Санкт-Петербург, 190013,
телеграф: Санкт-Петербург, Л-13, Технолог,
факс: ректор (812) 710-6285, общий отдел (812) 712-7791,
телефон: (812) 710-1356,
E-mail: office@technolog.edu.ru

03.09.2025 № 1645-01-03

«УТВЕРЖДАЮ»
ВРИО ректора ФГБОУ ВО
«Санкт-Петербургский
государственный
технологический институт
(технический университет)»,
канд. техн. наук
Б. В. Пекаревский
«03» сентября 2025 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» 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 ИССЛЕДОВАНИЯ

Разработка огнеупорных материалов на основе искусственных керамических вяжущих (ИКВ) муллит-карборундового состава с защитными покрытиями представляет собой актуальное направление в материаловедении, особенно для металлургических и стекольных отраслей. Специалисты в области технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов активно исследуют методы повышения коррозионной стойкости и долговечности огнеупоров. Одним из актуальных является использование ИКВ на основе высокоглиноземистого шамота и карбида кремния, а также нанесение защитных покрытий методом детонационного напыления. Такие материалы обладают высокой термостойкостью, механической прочностью и устойчивостью к воздействию расплавов металлов, шлаков и стекла, что позволит широко применять в металлургической и стекольной промышленности.

В связи с этим, диссертационная работа Зайцева С.В. посвящена решению важной научно-практической задачи по разработке технологии высокоглиноземистых огнеупоров на основе ИКВ муллит-карборундового состава с защитными карборундовыми и шпинелевыми покрытиями. Исследование направлено на оптимизацию состава и свойств материалов, включая изучение реологических

характеристик суспензий, структурообразования при обжиге и механизма формирования защитных покрытий, что позволило получить огнеупоры с улучшенными эксплуатационными характеристиками при работе в экстремальных условиях.

Работа выполнялась при финансовой поддержке в рамках реализации гос. задания Минобрнауки РФ № FZWN-2023-0006; комплексного проекта № 30/22 по Соглашению № 075-11-2023-017; ПСР № АААА-А17-117121370050-2; ФЦП ГК № 14.740.11.1076.

СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Диссертация Зайцева Сергея Викторовича состоит из введения, основной части (пяти глав), заключения, списка литературы и приложений. Работа изложена на 221 страницах машинописного текста, включающего 17 таблицы, 69 рисунков, список литературы из 214 источников, 7 приложений.

Материал диссертации работы изложен логически последовательно и взаимосвязано. В завершении каждой главы приведены обобщенные результаты, в заключении представлены общие итоги и перспективы дальнейших исследований в изучаемой области.

Во *введении* приведена актуальность исследования, сформулированы цели и задачи, раскрыта научная новизна работы, подчеркнута теоретическая и практическая ценность проведенной работы, описаны использованные методы исследования, изложены основные научные положения, выносимые на защиту, подтверждена достоверность полученных результатов, приведены сведения о внедрении разработок в производство и их апробации на научных мероприятиях.

В *главе 1* на основании обзора литературных источников отечественных и зарубежных исследований проведен всесторонний анализ современных тенденций в области разработки огнеупорных материалов, устойчивых к экстремальным условиям эксплуатации. Автором рассмотрены перспективы применения карбидов, нитридов и силицидов, а также технологий газотермического, плазменного и детонационного напыления для создания защитных покрытий. В работе выделены ключевые проблемы взаимодействия огнеупоров с агрессивными средами. Отмечено, что основными направлениями их решения являются оптимизация состава материалов, снижение пористости и управление структурой.

В *главе 2* представлены объекты изучения, их основные характеристики и методы исследования.

В *главе 3* представлены результаты разработки технологии получения муллит-карборундового ИКВ на основе высокоглиноземистого шамота и карбида кремния, а также исследования свойств и фазового состава сырьевых материалов. Кроме того, проведена оценка влияния технологии помола как отдельного, так и совместного помола на реологические и физико-механические характеристики материалов. Определено воздействие температуры обжига на усадку, пористость, плотность и прочность, установлено оптимальное соотношение сырьевых материалов в ИКВ, обеспечивающее минимальную пористость и максимальную прочность. Разработана технология совместного постадийного помола с контролем параметров и стабилизацией состава, способствующая снижению энергозатрат и улучшению эксплуатационных свойств.

В главе 4 отображены результаты исследования влияния зернового состава заполнителя высокоглиноземистого шамота на структурообразование огнеупорных материалов. Разработаны составы огнеупорных масс на основе ИКВ и заполнителя, полученные методами вибро- и полусухого прессования, обеспечивающие низкую пористость, высокую прочность на сжатие и минимальную усадку. Для анализа смачиваемости создана установка на основе метода «лежащей капли», позволяющая определять краевой угол смачивания высокотемпературными расплавами. Коррозионная стойкость материалов оценена тигельным методом при 1400 °С, что подтвердило их превосходство над промышленным аналогом МКС-72. Разработана технология производства огнеупоров, включающая подготовку сырья, стадийный помол ИКВ, формование, сушку и обжиг изделий.

В главе 5 представлены результаты разработки технологии детонационного нанесения защитных покрытий на огнеупорные материалы для повышения их коррозионной стойкости в условиях высоких температур в агрессивных средах. В работе обоснованы оптимальные параметры процесса напыления, включая состав порошковых материалов и режимы работы многокамерного кумулятивно-детонационного устройства (МКДУ). Исследованы структурные особенности формируемых покрытий. Полученные покрытия характеризуются высокой адгезией, низкой пористостью и повышенной стойкостью к воздействию силикатных расплавов.

В заключении приводятся общие выводы по работе.

Содержание автореферата полностью соответствует диссертационной работы.

ОБОСНОВАННОСТЬ И ДОСТОВЕРНОСТЬ НАУЧНЫХ ПОЛОЖЕНИЙ, ВЫВОДОВ И РЕКОМЕНДАЦИЙ

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций подтверждается применением современных методов исследования (для определения комплекса базовых свойств исследуемого сырья и готовых огнеупорных композитов использовались нормируемые методы: ГОСТ 5402-2000, ГОСТ 2409-95, ГОСТ 4071.1-94, ГОСТ 8.777-2011, а также научно-обоснованные методы: рентгеноструктурный анализ, сканирующая электронная микроскопия, лазерная гранулометрия, ротационная вискозиметрия и методы «лежащей капли» и тигельный метод для оценки коррозионной устойчивости). Кроме того, детонационные покрытия оценивали по методикам для установки МКДУ 500 с использованием ImageJ по ASTM E2109-01, ГОСТ 9450-76 (микротвердость) и ГОСТ 31383 (адгезия покрытий). Полученные данные соответствуют требованиям нормативной документации и подтверждены использованием сертифицированного оборудования и общепринятых научных подходов.

Основные положения диссертационной работы были изложены на конференциях различного уровня и отражены в 19 научных публикациях, в том числе 10 статей в журналах, входящих в перечни рецензируемых научных изданий и международных реферативных баз, рекомендованных ВАК РФ, получен патент РФ на изобретение.

НАУЧНАЯ НОВИЗНА

Научная новизна диссертационной работы 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 отдельным помолом. Выявлено рациональное соотношение $\text{SiC}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (30/70 %), при котором: происходит изменение характера реологического поведения с тиксотропно-дилатантного на тиксотропный, сопровождающееся резким снижением эффективной вязкости; после обжига при 1300°C 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 %).

НАУЧНАЯ И ПРАКТИЧЕСКАЯ ЦЕННОСТЬ ДИССЕРТАЦИИ

Дополнены теоретические представления 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.

Разработаны составы огнеупорных масс для вибро- и полусухого прессования на основе ИКВ и заполнителя из высокоглиноземистого шамота.

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.

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ РЕЗУЛЬТАТОВ И ВЫВОДОВ, ПРИВЕДЕННЫХ В ДИССЕРТАЦИИ

Результаты, полученные в рамках диссертационной работы Зайцева С.В. представляют интерес для внедрения на предприятиях при производстве огнеупоров и искусственных керамических вяжущих. Возможность масштабирования полученных результатов и технологических решений в различных регионах РФ не вызывает сомнений. Кроме того, полученные данные могут быть рекомендованы в учебном процессе при подготовке подготовки бакалавров и магистров по профильным направлениям.

ЗАМЕЧАНИЯ ПО СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

1. Почему в автореферате на рис. 3 и в главе 3.5.2 диссертации (рис. 3.20) кривая 2 (совместный помол) не всегда ниже кривой 1 (раздельный помол), и как было рассчитано значение снижения вязкости на 28 %?

2. В диссертации на стр. 129 и в автореферате на стр. 11 читаем: «Таким образом, по результатам проведенных исследований физико-механических свойств экспериментальных составов, подвергнутых термообработке при 1300 °С, было установлено, что как для вибро-, так и для полусухого прессования эффективным является состав, включающий 50 % ИКВ на основе тройной системы $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ и 50 % полифракционного заполнителя из высокоглиноземистого шамота, обеспечивающий следующие значения характеристик огнеупоров: $P_{\text{отк}}=14,4$ и 12 %, $\sigma_{\text{сж}} = 78$ и 80 МПа соответственно». Не ясно, какому методу формования отдается предпочтение.

3. В автореферате и диссертации указано, что оценку смачиваемости поверхности разработанных огнеупоров проводили по углу смачивания на специальной установке при температуре 1400 °С. Однако спекание разработанных огнеупоров проводили при 1300 °С. Как согласуются эти два разных температурных режима?

4. Согласно стехиометрическим расчетам, массовое соотношение $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и MgO для образования шпинели MgAl_2O_4 должно составлять 71,7:28,3. Однако соискателем в диссертации на стр. 164 указано, что в составе покрытия присутствует избыточный периклаз (MgO). Чем объясняется такое значительное отклонение от стехиометрии и почему не обнаружено корунда?

5. Корундовое или шпинельное покрытие на поверхности огнеупора, нанесённое методом детонационного напыления, имеет толщину до 500 мкм. Каков ресурс этого покрытия, по сравнению с ресурсом базового огнеупора? Является ли экономически обоснованным формирование этого тонкого покрытия? Насколько этот процесс увеличивает себестоимость огнеупора и насколько повышает ресурс?

Отмеченные недостатки несколько не снижают значимости представленных автором результатов и общей положительной оценки работы Зайцева С.В.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация Зайцева Сергея Викторовича на тему: «Огнеупорные материалы на основе искусственных керамических вяжущих муллит-карборундового состава с защитным покрытие» является законченной научно-квалификационной работой, 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, а также созданию структурно-сопряженных защитных покрытий из корунда и шпинели методом детонационного напыления, имеющей **существенную значимость** для развития технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Полученные в диссертации результаты, научные положения и сформулированные выводы обоснованы, достоверны, обладают новизной, имеют теоретическую и практическую значимость. Текст написан автором самостоятельно грамотным техническим языком, графический материал выполнен на высоком уровне.

По актуальности затронутых вопросов, научной новизне и практической значимости, числу публикаций диссертация соответствует требованиям, изложенным в пп. 9–11, 13, 14 Положения о присуждении ученых степеней (Постановление Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции), предъявляемым к работам, представленным 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.

Отзыв на диссертацию и автореферат обсужден и одобрен на расширенном заседании кафедры химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», протокол № 1 от 01 сентября 2025 г.

Доктор технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, профессор, заведующий кафедрой химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»



Пантелеев Игорь Борисович
01 сентября 2025 г.

Сведения о ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)».

Адрес: 190013, Санкт-Петербург, Московский проспект, д. 24-26/49 литера А.

Телефон: 8(812)710-1356

E-mail: office@spbti.edu.ru

Сайт: <http://spbti.ru>

Подпись *Пантелеева Игорь Борисович*
Начальник отдела кадров *И.И.И.*

