

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 31.1.002.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО -
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ
ИНСТИТУТ» (НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» - ВИАМ),
РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от «27» декабря 2023 г. № 13

О присуждении Беспалову Александру Сергеевичу ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Новые подходы гидрофобизации высокопористых керамических материалов» по специальности 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов» принята к защите «26» октября 2023 г. (протокол заседания № 10) диссертационным советом 31.1.002.01, созданным на базе федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Российская Федерация, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17, приказ Минобрнауки России от 24.10.2022 г. № 1363/нк «О выдаче разрешения на создание совета по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук на базе федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт».

Соискатель Беспалов Александр Сергеевич, «26» ноября 1986 г.р., в 2009 году окончил федеральное государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Государственный технологический университет «Московский институт стали и сплавов». Справка № 073 о сдаче кандидатских экзаменов выдана в НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ» 04.08.2023 г.

Беспалов Александр Сергеевич работает в должности начальника сектора «Теплозащитные материалы» лаборатории № 626 федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт».

Диссертация выполнена в лаборатории № 629 «Лаборатория волокон тугоплавких соединений, волокнистых высокотемпературных теплоизоляционных, теплозащитных и керамических композиционных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Научный руководитель – академик РАН, доктор химических наук, профессор Бузник Вячеслав Михайлович, главный научный сотрудник федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова» Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

- Хатилов Сергей Аверьянович, доктор физико-математических наук, генеральный директор ООО «Научно-производственное предприятие «Арфлон»;

- Солдатов Михаил Александрович, кандидат химических наук, доцент кафедры «Химической технологии полимерных композиционных лакокрасочных материалов и покрытий» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск, в своем положительном отзыве, подписанном Бондалетовым Владимиром Григорьевичем, д.т.н., профессором отделения химической инженерии указала, что материал диссертационной работы представляет интерес для специалистов, работающих над созданием и совершенствованием технологий строительства зданий, сооружений, коммуникаций, возводимых в условиях низких температур, высокой влажности, в том числе в условиях конденсированной влаги, а также создания конструкционных материалов для авиа- и судостроения. Результаты диссертационной работы Беспалова Александра

Сергеевича могут быть использованы в следующих научных учреждениях: Институт Катализа СО РАН (г. Новосибирск), Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Томский государственный архитектурно-строительный университет, Институт проблем нефти и газа СО РАН (г. Якутск), Российский государственный университет нефти и газа имени И.М. Губкина, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Институт мерзлотоведения СО РАН (г. Якутск), Дальневосточный Федеральный университет (г. Владивосток).

Диссертационная работа Беспалова Александра Сергеевича является законченным исследованием, проведенным на высоком научном уровне. Полученные автором результаты достоверны, выводы и заключения обоснованы. По своей актуальности, новизне, объему проделанных работ и достигнутым результатам диссертация Беспалова Александра Сергеевича «Новые подходы гидрофобизации высокопористых керамических материалов» полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата наук по специальности 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов» (технические науки).

Соискатель имеет 38 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 8 работ в рецензируемых научных изданиях, из которых 5 включены в перечень ВАК, 3 включены в международные базы данных Scopus и Web of Science, отражающих основное содержание работы. Получен 1 патент РФ.

В работах приводятся основные научные результаты, изложенные в диссертационной работе:

- влияние технологических режимов нанесения тонких гидрофобных покрытий на основе фторпарафинов, растворенных в сверхкритическом диоксиде углерода на гидрофобность ВПКМ. Определены технологические режимы получения материала с наилучшими свойствами. Изучена микроструктура и показана равномерность распределения гидрофобного покрытия на керамических волокнах во всем объеме образца;

- технологические режимы нанесения гидрофобных покрытий методом конденсации газообразных продуктов пиролиза фторпарафинов на поверхности ВПКМ. Изучена микроструктура и показаны особенности распределения гидрофобного покрытия на оксидных волокнах в объеме ВПКМ;

- разработан высокогидрофобный мультипористый материал на основе ВПКМ и органического аэрогеля с применением технологии сверхкритических флюидов, характеризующийся высокой удельной поверхностью, повышенной прочностью, высоким значением краевого угла смачивания и низким водопоглощением при длительном принудительном погружении в воду;

- показана возможность метода МРТ для определения дефектных зон гидрофобизации ВПКМ, формирующих пути массопереноса воды, и продемонстрирована перспектива его применения для изучения процессов заморозки воды и таяния льда в пористых системах с высокоразвитой структурой.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения. Все работы выполнены в соавторстве с ведущими институтами РАН, личный вклад соискателя состоит в синтезе большой серии образцов высокопористых керамических материалов, отработке технологических режимов нанесения гидрофобных покрытий и разработке технологий гидрофобизации ВПКМ, организации и участии в проведении экспериментальных исследований, анализе и интерпретации полученных данных

Список основных трудов по теме диссертации, опубликованный в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

- Bespalov A.S., Buznik V.M., Grashchenkov D.V., Nikitin L.N., Chashchin I.S., Ivanov V.K., Lebed' V.O., Hydrophobization of porous ceramic materials using supercritical carbon dioxide // *Inorganic Materials*. 2016. V. 52, №. 4. P. 386 – 392. DOI:10.1134/S0020168516040038.

- Кирюхин Д.П., Беспалов А.С., Бузник В.М., Гращенков Д.В., Иванов В.К., Зверева И.А., Кичигина Г.А., Куш П.П. Применение низкотемпературной пострадиационной прививочной полимеризации политетрафторэтилена для гидрофобизации пористых керамических материалов на основе оксидных волокон // *Перспективные материалы*. 2018. № 10. С. 54-62. DOI: 10.30791/1028-978X-2018-10-54-62.

- С.А. Лермонтов, Н.А. Сипягина, А.Н. Малкова, С.Г. Васильев, А.С. Беспалов, Д.В. Гращенков, В.М. Бузник. Технология гидрофобизации высокопористых теплозащитных материалов с использованием спиртов в сверхкритическом состоянии // Химическая технология. 2018. Т. 19, № 3. С. 119–124.

- А.С. Беспалов, Н.И. Нефедов, И.С. Деев, Е.В. Куршев, С.Л. Лонский, В.М. Бузник. Особенности гидрофобизации высокопористых керамических материалов с помощью фторолигомеров // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №5. С. 41-45. DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-41-51.

- Морозов Е.В., Бузник В.М., Беспалов А.С., Гращенков Д.В. Магнитно-резонансная томография водопоглощения высокопористыми керамическими материалами // Доклады академии наук. 2019. Т. 484. № 5. С. 563-567. DOI:10.31857/S0869-56524845563-567.

- Lermontov S.A., Sipyagina N.A., Malkova A.N., Buznik V.M., Bepalov A.S., Grashchenkov D.V., Baranchikov A.E. Hierarchical porous composite ceramic material modified by hydrophobic methyltrimethoxysilane-based aerogel // Journal of porous materials. 2021. Т. 28. № 4. С. 1237-1244. DOI: 10.1007/s10934-021-01075-3.

- S.A. Lermontov, A.N. Malkova, N.A. Sipyagina, A.E. Baranchikov, G.P. Kopitsa, A.S. Bepalov. Hydrophobization of organic resorcinol-formaldehyde aerogels by fluoroacylation // Journal of Fluorine Chemistry. 2021. V 244. P 109742. DOI:10.1016/j.jfluchem.2021.109742.

- Каблов Е.Н., Бузник В.М., Гращенков Д.В., Беспалов А.С., Никитин Л.Н., Чашин И.С. Гидрофобный пористый керамический материал и способ его получения. Патент РФ №2630523 (2016).

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Отзыв на диссертацию ведущей организации – федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет». Отзыв подписан профессором отделения химической инженерии, доктором технических наук Бондалетовым Владимиром Григорьевичем и утвержден и.о. проректора по науке и стратегическим проектам, кандидатом физико-математических наук Гоголевым Алексеем Сергеевичем. Отзыв положительный.

Имеются замечания по оформлению и структуре:

– Вероятно, название диссертационной работы должно звучать как «Подходы К гидрофобизации...» и далее по тексту?

- В автореферате диссертации отсутствует раздел «Практическая значимость». В диссертации и автореферате отсутствует раздел «Методология и методы диссертационного исследования».

- В разделе диссертации «Научная новизна» пункт 1, на наш взгляд, должен находиться в разделе «Практическая значимость».

Имеются замечания по научно-исследовательской части:

- Проводилась ли количественная оценка растворимости фторпарафинов и фторолигомеров в сверхкритической углекислоте?

- Не ясно, как было определено оптимальное время экспозиции раствора фторпарафинов в высокопористом керамическом материале?

- Существует ли связь эволюции угла смачивания с молекулярной массой (или длиной цепи) фторпарафинов?

- Каков механизм осаждения и закрепления продуктов пиролиза фторполимеров на гидрофильных волокнах ВПКМ?

2. Отзыв на диссертацию официального оппонента – генерального директора ООО «Научно-производственное предприятие «Арфлон», доктора физико-математических наук Хатинова Сергея Амерзяновича, отзыв заверен заместителем генерального директора, кандидатом химических наук Коновой Е.М. Отзыв положительный.

Имеются замечания по тексту диссертации и автореферата:

– Имеется замечание к фразам, поясняющим рис. 10 в автореферате и рис. 48 в тексте диссертации: «Как видно из микрофотографий (рисунок 10), поры ВПКМ заполнены сфероподобными частицами диаметром от 0,5 до 5 мкм, которые формируют трехмерную сшитую структуру, образованную частицами размером (10 ÷ 20) нм». Но на рис. 10 невозможно увидеть частицы размером 10-20 нм, поскольку этому не соответствует масштаб изображения. Относительно того же изображения (рис. 48) в тексте диссертации следует фраза: «Как видно, поры ВПКМ заполнены сфероподобными частицами МТМС-аэрогеля диаметром от 0,5 до 5 мкм, которые формируют трехмерную сшитую структуру. Из литературных данных известно, что

трехмерная структура в свою очередь образована частицами размером $(10 \div 20)$ нм». По-видимому, нужно было либо получить изображение при большем увеличении, позволяющем подтвердить образование частиц 10-20 нм, либо привести ссылку, где это наблюдалось.

- Согласно утверждению на стр. 94 диссертации «... ввиду рекордно низких значений коэффициента теплопроводности SiO_2 -аэрогеля, полученный МПМ может найти применение в качестве теплоизоляционного материала». Согласно данным, приведенным в табл. 7 (стр. 102), полученный МПМ по теплопроводности стал хуже исходного и гидрофобизированного ВПКМ приблизительно в 2 раза. Причины повышения теплопроводности МПМ в тексте диссертации, к сожалению, не обсуждены.

- Не достаточно обосновано утверждение на стр. 102 о том, что рост прочности МПМ можно объяснить синэргетическим эффектом. Если предположить, что свойства аэрогеля, синтезированного непосредственно в объеме ВПКМ (удельная поверхность, плотность, прочность), отличаются от типичных, рост прочности можно объяснить аддитивным влиянием аэрогеля.

Имеются мелкие терминологические и стилистические замечания:

- В англоязычной литературе для обозначения краевого угла принят термин «contact angle», в русскоязычной литературе общепринятым является термин «краевой угол» и реже используется термин «угол смачивания». Словосочетание «краевой угол смачивания» выглядит избыточным.

- Несколько неудачной кажется формулировка положений выносимых на защиту: «Определены режимы...», «Показан механизм ...», «Разработаны ...» и др. Защищаемые положения следовало бы сформулировать конкретно: «технологические режимы ...», «механизм модифицирования поверхности...», «супергидрофобность ВПКМ» и тд.

Неудачным можно считать перевод англоязычных терминов «advancing/receding contact angle» как наступающий/отступающий угол. В русскоязычной литературе обычно пишут «краевой угол натекания/оттекания».

3. Отзыв на диссертацию официального оппонента – доцента кафедры химической технологии полимерных композиционных лакокрасочных материалов и покрытий ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И. Менделеева, кандидата химических наук

Солдатова Михаила Александровича, отзыв заверен ученым секретарем Макаровым Николаем Александровичем. Отзыв положительный.

Имеются замечания по тексту диссертации и автореферата:

- В диссертации несколько раз отмечался тот факт, что фторорганические соединения являются достаточно дорогостоящими. Было бы логичным исследовать влияние концентрации фторполимера в сверхкритическом флюиде на свойства получаемых материалов с целью нахождения наименьшего количества полимера, при котором возможно достигнуть необходимых свойств.

- В разделе 2.3 автором указывается, что образцы исследовались методами ЭПР и ИК-спектроскопии. Однако нет никаких подтверждений в виде рисунков спектров и их интерпретации.

- В выводах к главе 4 и основных выводах к диссертации автором утверждается, что установлен механизм химического модифицирования поверхности оксидных волокон. Однако только лишь данных сканирующей электронной микроскопии недостаточно, хотелось бы увидеть результаты других исследований, подтверждающих данные выводы.

- В разделе 5.3 исследуются образцы ВПКМ-1 и ВПКМ-2. Из контекста не совсем понятно, в чём отличие данных образцов. Исходя из последующих рассуждений, можно предположить, что они отличаются наличием дефектов и соблюдением правильности технологии гидрофобизации. Тем не менее, по выборке из двух образцов сложно судить о вероятности дефектов и корректности технологии гидрофобизации.

4. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Волгоградский государственный технический университет», подписан первым проректором, член-корреспондентом РАН, доктором технических наук Кузьминым Сергеем Викторовичем. Отзыв на автореферат.

Имеются замечания:

- Диссертант указывает, что на основании карт распределения кремния и фтора (рис. 7) видно, что на глубине порядка 2 мм концентрация фтора значительно выше, а на глубине свыше 2 мм его распределение кажется равномерным. Однако масштабная линейка у карт на рис. 7 нечитабельна.

- Ссылаясь на рис. 9 (а), диссертант приводит данные о длине волокон ($50 \div 500$) мкм, входящих в ВПКМ, однако все поле зрения на этом рисунке не превышает 120 мкм.

5. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии Дальневосточного отделения Российской академии наук, подписан заместителем директора по научной работе, заведующим лабораторией нестационарных поверхностных процессов, членом-корреспондентом РАН, доктором химических наук Синебрюховым Сергеем Леонидовичем. Отзыв на автореферат.

Замечаний нет.

6. Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии РАН, подписан заведующим лабораторией «Радиационная химия и криохимия отдела строения вещества», доктором химических наук Кирюхиным Дмитрием Павловичем. Отзыв на автореферат.

Замечаний нет.

7. Акционерное общество «Объединенная двигателестроительная корпорация», подписан руководителем группы композиционных материалов, кандидатом технических наук Сорокиным Антоном Евгеньевичем. Отзыв на автореферат.

Имеется замечание, носящее характер пожеланий:

8. Пожелания заключаются в необходимости расширения применения существующего подхода нанесения гидрофобных покрытий на другие виды пористых материалов, в том числе пенопласты различной структуры.

- Общество с ограниченной ответственностью «Русатом МеталлТех», подписан руководителем проекта, кандидатом химических наук Большаковой Александрой Николаевной. Отзыв на автореферат.

Имеется замечание:

– Из представленной работы не совсем понятно, как данную технологию можно масштабировать и применять при производстве серийных изделий.

9. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова» РАН, подписан старшим научным сотрудником лаборатории «Физическая химия полимеров», кандидатом физико-математических наук Николаевым Александром Юрьевичем.

Отзыв на автореферат.

Имеются замечания:

– Автору стоило бы уточнить или выдвинуть гипотезы, почему контактный угол смачивания водой максимален именно при определенных режимах экспозиции и декомпрессии (третья глава);

- Автору стоило бы пояснить, какие конкретно и как подобраны режимы получения высокогидрофобного мультипористого материала для формирования двухуровневой иерархической пористой системы с применением в качестве флюида СК-СО₂ и СК-ИПС, в чем специфика и отличие применения двух сред (четвертая глава).

10. Акционерное общество «ОНПП «Технология» им А.Г. Ромашина», подписан ученым секретарем, кандидатом технических наук Ершовой Натальей Ивановной. Отзыв на автореферат.

Имеются замечания:

- Представленная работа имеет несомненную практическую значимость, которая прослеживается в главах автореферата диссертации. Целесообразно сделать на ней отдельный акцент, по аналогии с новизной, теоретической значимостью, личным вкладом автора.

- Некоторая часть значимых заключений по новизне и результатам работы также сформулирована в главах экспериментальной части. Возможно, есть смысл добавить их к «Новизне» и «Выводам».

11. АО «Корпорация «Тактическое ракетное вооружение», подписан заместителем директора дирекции, кандидатом технических наук Гращенковым Денисом Вячеславовичем. Отзыв на автореферат.

Имеется замечание:

- Из текста автореферата следует, что все исследования новых подходов гидрофобизации проводились диссертантом на «жестких» ВПКМ, при этом не очевидно, что предложенные подходы могут быть использованы для гидрофобизации «гибких» функциональных ВПКМ.

Все отзывы положительные, и отмечено, что диссертация является законченным научно-исследовательским трудом, выполненным на высоком уровне и полностью соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от

24.09.2013 г. № 842, а ее автор, Беспалов Александр Сергеевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается следующим:

1. Генеральный директор ООО «Научно-производственное предприятие «Арфлон», доктор физико-математических наук Хатилов Сергей Американович является одним из ведущих ученых в области физики полимерных и композиционных материалов, радиационной технологии модификации полимеров, разработке материалов на основе радиационно-модифицированного политетрафторэтилена. Под непосредственным руководством Хатилова С.А. были выполнены научно-исследовательские и опытно-конструкторские работы, было организовано производство уплотнительных материалов на основе радиационно-модифицированного тетрафторэтилена с повышенным уровнем физико-химических и механических свойств, нашедшие применение в технике авиационно-космической отрасли.

2. Доцент кафедры «Химической технологии полимерных композиционных лакокрасочных материалов и покрытий» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», кандидат химических наук Солдатов Михаил Александрович является одним из ведущих специалистов в области элементоорганических полимеров. Используя классические методы органической и кремнийорганической химии, получил ряд новых фторсодержащих кремнийорганических сополимеров, являющихся перспективными гидрофобизаторами для полимерных матриц, а также поверхностными модификаторами для углеродных нанотрубок. Также имеет опыт получения функциональных пористых материалов на основе силсесквиоксанных и циклофосфазеновых блоков.

- Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» является ведущим институтом в области химической технологии и науке о материалах. Заключение по диссертационной работе было подготовлено учеными,

непосредственно занимающимися вопросами исследований и разработки полифторсодержащих мономеров и триботехнических материалов на их основе. Список основных публикаций сотрудников ведущей организации за последние 5 лет:

1. Д.Е. Кульбакин, Е.Л. Чойнзонов, Е.Н. Больбасов, А.Ю. Воробьев, И.К. Федорова, Д.Ю. Азовская. Опыт использования индивидуальных эндопротезов из фторполимера в реконструктивной хирургии челюстно-лицевой области у онкологических больных // Head and Neck. Голова и шея. Российский журнал. 2023. Т. 11, № S2. С. 26-27.

2. А.Д. Коняева, Е.Ю. Варакута, А.Е. Лейман, А.Д. Бадараев, Е.Н. Больбасов. Эффективность использования нетканых пьезоэлектрических полимерных мембран на основе сополимера винилиденфторида с тетрафторэтиленом для закрытия раневых дефектов слизистой оболочки полости рта // Журнал анатомии и гистопатологии. 2020. Т. 9, № 2. С. 40-45. DOI 10.18499/2225-7357-2020-9-2-40-45.

3. Л.С. Антипина, Т.С. Твердохлебова, Г.Ц. Дамбаев и др. Применение композиционных сегнетоэлектрических полимерных мембран для лечения гнойных ран в эксперименте // Вопросы реконструктивной и пластической хирургии. 2022. т. 25, № 2(81). С. 7-14. DOI: 10.52581/1814-1471/81/01.

4. И.В. Лукиев, П.А. Зарубина, М.В. Успенская, Е.Н. Больбасов. Исследование структуры и свойств полимерных композитных мембран на основе сополимера винилиденфторида с тетрафторэтиленом и поливинилиденфторида, сформированных методом электроформования // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета). 2022. Т. 63. С. 45-50.

5. A.D. Badaraev, E.N. Bolbasov, K.S. Stankevich et al. Piezoelectronic polymer membranes with thin antibacterial coating for the regeberation of oral mucosa // Applied surface science. 2020. Vol. 504. P. 144068. DOI: 10.1016/j.apsusc.2019.144068.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- предложены оригинальные способы придания высокогидрофобных свойств ВПКМ, стабильных в течение длительного времени воздействия повышенной влажности, а также при принудительном погружении под воду;

- разработаны новые высокогидрофобные ВПКМ, предназначенные для эксплуатации в холодном и арктическом климате;

- экспериментально установлены и научно обоснованы технологические режимы нанесения гидрофобных покрытий, обеспечивающие высокое значение Краевого угла смачивания (КУС) и низкие значения влаго- и водопоглощения;

- показано, что применяемый сверхкритический флюид при получении высокогидрофобного мультипористого материала значительно влияет на значение водопоглощения;

- установлено, что длительное (14 дней) воздействие насыщенных водяных паров на высокогидрофобные ВПКМ не влияет на их значение КУС и изменение массы, что подтверждает стабильность гидрофобных свойств.

- доказана стабильность свойств высокогидрофобных ВПКМ в условиях длительного воздействия холодного климата г. Якутск;

- установлено методом МРТ, что при строгом соблюдении технологических режимов гидрофобизации ВПКМ, отсутствует массоперенос воды в объем пористого материала при принудительном погружении под воду в течение длительного времени.

Теоретическая значимость работы заключается в установлении влияния технологических режимов нанесения ФП покрытий на гидрофобные свойства ВПКМ; выявлении механизма модифицирования поверхности оксидных волокон гидрофобным покрытием и создании мультипористых структур на основе ВПКМ и аэрогелей с макро- и мезопористостью; установлении возможности нахождения дефектных зон гидрофобных покрытий и возможности изучения процесса массопереноса воды в объем пористых материалов методом МРТ.

Значение полученных соискателем результатов исследований для практики подтверждается тем, что разработаны новые высокогидрофобные ВПКМ, характеризующиеся высоким значением КУС и низкими значениями влаго- и водопоглощения в течение длительного времени эксплуатации и позволят применять их в качестве тепло- и огнезащиты объектов в различных климатических зонах, в том числе в условиях холодного и арктического климата.

На основе результатов исследований была разработана технологическая рекомендация ТР 1.2.2584-2017 «Гидрофобизация высокопористых керамических материалов с помощью фторполимеров».

Оценка достоверности результатов исследования выявила: достоверность полученных в работе результатов подтверждается использованием аттестованного,

поверенного современного оборудования и современных стандартизованных методик, используемых при проведении экспериментов.

Личный вклад соискателя состоит в: изготовлении образцов для проведения исследований; участии в получении экспериментальных данных и их интерпретации; отработке технологических режимов нанесения гидрофобных покрытий на основе фторпарафинов, растворенных в сверхкритическом диоксиде углерода, на поверхность оксидных волокон в объеме ВПКМ, установлении влияния технологических параметров нанесения на КУС образцов и значение их влагопоглощения; разработке технологии нанесения гидрофобных покрытий на ВПКМ методом десублимации газообразных продуктов пиролиза ФП; установлении влияния применяемого сверхкритического флюида на значение водопоглощения и зависимости краевого угла смачивания от времени экспозиции в условиях повышенной влажности разработанного гидрофобного мультипористого материала на основе ВПКМ и органического аэрогеля.

В ходе защиты диссертации были заданы вопросы и высказаны следующие замечания:

1. Краевой угол смачивания гидрофобных ВПКМ измерялся на поверхности образца, а как его померить внутри?
2. Почему не использовался стандартный метод сидячей капли или лежащей капли для определения смачивания волокон?
3. Как было доказано, что гидрофобизация прошла во всем объеме?
4. Если деталь на основе ВПКМ будет разнотолщинной, как обеспечить равномерность ее пропитки гидрофобным покрытием?
5. Утверждается, что объем макропористого ВПКМ заполнен аэрогелем, однако подтверждений, что это именно аэрогель представлено не было.
6. В чем отличие трех технологий гидрофобизации, и где какую технологию применить?
7. Возможно ли каким-либо из способов гидрофобизировать полиамидные нетканые материалы?
8. При определении контактного угла рассматривалась модель с гладкой или шероховатой поверхностью?
9. Существуют другие гидрофобизирующие пропитки. Почему появилась необходимость разработки новых гидрофобных составов?

10. Высокогидрофобный ВПКМ приклеить к защищаемой поверхности представляется достаточно проблематичным. Как вы представляете крепление?

11. После воздействия пламени на высокогидрофобные ВПКМ будут ли сохранены гидрофобные свойства, или будет необходимость повторного их нанесения?

Соискатель Беспалов А.С. согласился с замечаниями на задаваемые ему в ходе заседания вопросы, и привел собственную аргументацию:

1. Помимо определения КУС на поверхности образцов по стандартной методике испытаний, образцы с помощью ножа аккуратно разрезались для определения КУС на внутренних поверхностях.

2. В будущем было бы действительно интересно и полезно провести подобные испытания, но на момент выполнения исследований в рамках кандидатской работы в наличии имелся только прибор для определения контактного угла на поверхности образцов.

3. Помимо определения КУС на срезах образцов, проводился энергодисперсионный анализ в режиме картирования по элементам на срезах.

4. При использовании метода сверхкритических флюидов обеспечивается равномерность пропитки гидрофобным агентом разнотолщинных материалов за счет высокой проникающей способности сверхкритической среды, в частности – СК- CO_2 , который при декомпрессии теряет растворяющую способность, вследствие чего гидрофобное вещество будет осаждаться на всех доступных поверхностях.

5. Синтез мультипористых материалов с органическим соединением проводился по тем же режимам с использованием тех же исходных компонентов в том же соотношении, при которых велся синтез аэрогелей. Помимо того, удельная поверхность МПМ увеличилась на два порядка, что характерно именно для аэрогелей, и данные обстоятельства позволяют утверждать, что в объеме ВПКМ именно аэрогель.

6. Основным недостатком технологий СКФ является ограничение габаритов ВПКМ размерами реактора, технология десублимации продуктов пиролиза фторпарафинов позволяет обрабатывать крупногабаритные изделия со сложной геометрией поверхности и ограничивается лишь размерами камеры печи.

7. Возможно применить все три основных способа гидрофобизации нетканых материалов на основе многих органических волокон.

8. При исследовании контактного угла на модели абсолютно гладкой поверхности, не удастся добиться значения свыше 120° , учитывая, что при исследовании гидрофобных ВПКМ значение контактного угла составляло порядка 145° , можно говорить о модели шероховатой поверхности с гетерогенным или смешанным гомогенно-гетерогенным режимом смачивания.

9. Исследования по гидрофобизации проводятся уже давно, однако большое количество прекурсоров для гидрофобных составов, разработанных в советское время, на данный момент в России не производятся, а фторпарафины производятся по ТУ предприятием АО «Галополимер». Кроме того, фторполимеры обладают крайне низкой поверхностной энергией, что позволит придать более высокогидрофобные свойства по сравнению с кремнийорганическими соединениями.

10. Данный вопрос относится больше не к материаловедческим, а конструкторским. Исследования по адгезии клея к высокогидрофобным ВПКМ не проводилось, но можно предположить, что адгезия клея-герметика марки Эласил 137-81 к поверхности МПМ должна быть высокая. Данная задача является крайне интересной, и действительно стоило бы попробовать провести подобные исследования.

11. При воздействии высоких температур, например при воспламенении нефтепродуктов, полимерные гидрофобные составы будут деструктировать, но сам ВПКМ на основе оксидных волокон сохранит свою целостность, потому будет необходимость повторной гидрофобизации.

12. Соискатель указал, что все высказанные замечания будут учтены в дальнейшей научной работе.

На заседании «27» декабря 2023 г. диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация Беспалова А.С. представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание степени кандидата технических наук, и приняли решение присудить Беспалову Александру Сергеевичу ученую степень кандидата технических наук по научной специальности 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов» за новые научно-обоснованные технические решения по разработке новых высокогидрофобных высокопористых керамических

материалов, имеющих важное значение для развития отечественной авиационно-космической и машиностроительной отрасли, а также создания сложных технических систем, эксплуатирующихся в разных климатических условиях, включая арктический и субарктический климат.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 13 человек, из них 7 докторов наук по научной специальности 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов», участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 13, против 0, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета
д.т.н.

Антипов
Владислав Валерьевич

фамилия, имя,
отчество (полностью)

Ученый секретарь
диссертационного совета
к.т.н.

Горбовец
Михаил Александрович

фамилия, имя,
отчество (полностью)

Дата оформления заключения: «27» декабря 2023 г.