

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию *Аверкиной Анастасии Сергеевны* «*Физико-химические основы технологии синтеза осадкопреобразующего реагента на основе AgI-SiO<sub>2</sub>*», на соискание ученой степени кандидата

технических наук по специальности

2.6.7 – технология неорганических веществ

### **Актуальность темы исследования**

Технология регулирования выпадения осадков является стратегически важным направлением исследований и практической деятельности. Наибольшее практическое применение нашли твердофазные реагенты. Разработка высокоэффективных, недорогих и экологически безопасных реагентов, выполняющих свою функцию в широком интервале температур является крайне актуальной задачей. Таким образом, актуальность темы исследования, заключающейся в разработке гибридного осадкопреобразующего материала на основе иодида серебра и оксида кремния, а также технологии его получения не вызывает сомнений.

### **Новизна исследований и полученных результатов**

Установлено, что применение в качестве носителя для иодида серебра мезопористых видов диоксида кремния методами «Гидротермальная темплатная соконденсация» и «Пастообразование» приводит к преимущественному формированию кристаллической  $\beta$ -фазы AgI по сравнению с традиционным иодидом серебра.

Метод «Гидротермальная темплатная соконденсация», а также выдержка гибридных порошковых материалов, полученных обоими методами при 1000 °С повышает термоустойчивость кристаллических форм иодида серебра. Наибольшая термоустойчивость  $\beta$ -AgI характерна для материала на основе диоксида кремния семейства MCM.

### **Значимость для науки и промышленности выводов и рекомендаций диссертанта**

Установлено влияние метода синтеза на структуру и содержание иодида серебра в составе гибридного реагента, а также на структурно-текстурные, морфологические и реологические свойства синтезированного материала, что позволит регулировать состав материала для достижения наилучшей конденсационной активности в различных условиях.

**Практическая значимость работы** заключается в разработке технологических схем получения гибридных порошковых материалов  $\text{AgI-SiO}_2$  и их рецептурного состава, обладающих мультифункциональной активностью в отношении разрушения областей, перенасыщенных влагой в диапазоне температур от минус 40 °С до плюс 5 °С. Показано, что  $\text{AgI-SiO}_2$ , синтезированные методом «МПФ», могут использоваться в качестве реагентов для аэрозольных генераторов, а гибриды  $\text{AgI-SiO}_2$ , полученные методом «ГТС» - для высокоэнергетических составов. Разработанные неорганические реагенты  $\text{AgI-SiO}_2$  и методы их получения удовлетворяют потребности снижения затрат на организацию технологий искусственного управления осадками и обеспечивают эксплуатацию с заданными потребительскими и технико-экономическими показателями.

**Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов, сформулированных в диссертации**

Достоверность результатов и выводов диссертационной работы подтверждается применением стандартных методик анализа и современных физико-химических методов исследования, воспроизводимостью результатов экспериментов и протоколом испытаний ГПМ  $\text{AgI-SiO}_2$  в лаборатории ФГБУ «Центральная аэрологическая обсерватория» (г. Долгопрудный, М.О.).

Полученные данные диссертации в достаточной мере апробированы и обсуждены на международных и российских научных конференциях, 4 статьи опубликованы в ведущих рецензируемых научных изданиях, в том числе 2 статьи в журналах, индексируемых в международных реферативных базах Web of Science и Scopus.

**Объем и структура работы**

Диссертация состоит из введения, 6 глав, выводов, списка литературы. Материалы диссертации изложены на 196 стр., включают 96 рисунков, 42 таблицы, 222 библиографические ссылки.

Структура диссертации традиционна, характеризуется логичностью построения и включает анализ научно-технической и патентной литературы, обоснование задач исследования и результаты анализа выбранных объектов, на основании которых автором разработана технология получения гибридного порошкового материала на основе иодида серебра и диоксида кремния различной природы, предназначенного для конденсации атмосферной влаги в различных температурных условиях.

## Основное содержание работы

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулированы ее цель и основные задачи, представлена научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе диссертации рассматриваются различные твердофазные реагенты и проблемы их применения для борьбы с неблагоприятными метеорологическими условиями. Обобщены и приведены основные способы получения гибридных порошковых материалов. Определены вещества, которые могут быть использованы в качестве инертных матриц для локализации иодида серебра. Проанализированы параметры, определяющие эксплуатационные характеристики порошковых материалов.

Во второй главе представлены основные объекты, методы исследований, методики и применяемое оборудование.

В третьей главе описаны 2 метода получения гибридных порошковых материалов  $\text{AgI-SiO}_2$ : метод «Гидротермальная темплатная соконденсация» и метод «Пастоформирование». Установлены наиболее значимые параметры синтеза и оптимальные условия для формирования кристаллических форм иодида серебра.

В четвертой главе показано преимущество синтезированных реагентов  $\text{AgI-SiO}_2$  по эксплуатационным показателям по сравнению с традиционными порошковыми реагентами. Установлено, что проявляется прямая зависимость между соотношением  $[\text{Ag}]/[\text{Si}]$  и величиной угла естественного откоса, а также обратная зависимость между соотношением  $[\text{Ag}]/[\text{Si}]$  и временем истечения порошка, объемной массой и влагопоглощением. Показано, что синтезированные ГПМ  $\text{AgI-SiO}_2$  обладают крайне низкой слеживаемостью, а количество влаги, адсорбированной в статических условиях, не превышает 30 масс. %. Приведены результаты исследований по разрушению туманов твердофазными реагентами  $\text{AgI}$  при различных температурах в климатической камере, что позволяет определить временную точку инициации процесса разрушения тумана и длительность этого процесса. Исследования проведены как при отрицательных, так и при положительных температурах.

Пятая глава посвящена исследованию термоустойчивости  $\text{AgI-SiO}_2$ , синтезированных методами «МПФ» и «ГТС». В ходе выполнения исследования установлено, что в независимости от метода синтеза внешний вид образцов  $\text{AgI-SiO}_2$  после высокотемпературной выдержки соответствует первоначальному рыхлому состоянию. Также отмечено, что термоустойчивость проявляется для образцов ГПМ  $\text{AgI-SiO}_2$  при

$[Ag]/[Si]=0,08$ . Установлено, что в независимости от метода синтеза термоустойчивость ГПМ  $AgI-SiO_2$  полученных на кремнеоксидной матрице семейства МСМ (МСМ-48 и МСМ-41) выше, чем для порошков на матрице SBA-15 и Aerosil 380 для метода «МПФ».

В шестой главе представлены технологические схемы получения гибридных порошковых реагентов  $AgI-SiO_2$ . Принципиально новым моментом разработанных технологических схем является ультразвуковое воздействие при приготовлении суспензии  $AgI-SiO_2$ , что позволяет не только повысить дисперсность композита  $AgI-SiO_2$ , но и добиться равномерного распределения кристаллов иодида серебра на поверхности агломератов диоксида кремния. Предлагаемые технологические схемы могут быть реализованы на стандартных промышленных реакторах с верхнеприводными перемешивающими устройствами, автоклавах, центробежных сепараторах, шнековых сушилках, шаровых мельницах, виброситах и т.д. Параметром контроля производства является концентрация серебра, как наиболее дорогостоящего компонента, выходным параметром контроля готового  $AgI-SiO_2$  – дисперсность, параметрами экологического контроля является количество аэрозоля иодида серебра на стадиях сушки и дробления

#### **Замечания и вопросы по теме диссертационного исследования**

1. Автореферат с. 7, диссертация с. 47 указано, что общий объем пор определяли методом БЭТ, однако данный метод предназначен только для расчета удельной поверхности, рассчитать объем пор этим методом невозможно.
2. Пункт 5 заключения – некорректное название метода, вместо атомно-абсорбционной спектроскопии, автором указана «атомно-адсорбционная спектроскопия». С. 33 неадекватный термин «суперабсорбирующие» полимеры, с. 34 и далее указана «абсорбция» (поглощение жидкостью газа) и «абсорбционная способность» вместо «адсорбции» (поглощение твердым веществом жидкости или газа).
3. Текст на рисунках (1.3, 1.7, 1.9, 1.11-1.17, 1.19, 1.22, 1.23, 3.1-3.3, 3.5-3.16 и др.) следовало дать на русском языке, а не английском.
4. Утверждение о расположении кристаллитов иодида серебра вне порового пространства не совсем обосновано. Действительно, конечный размер кристаллитов больше размера пор оксида кремния, однако на начальном этапе синтеза методом «Пастообразование» возможно проникновение реагентов в поры носителя с последующим образованием иодида серебра в порах. Об этом свидетельствует уменьшение удельной поверхности и объема пор, а также некоторое увеличение диаметра пор.

5. С. 64. чтобы утверждать о десорбции азота в микропорах, следовало привести данные о наличии микропор, присутствующих в разных модификациях оксида кремния, изотермы позволяют это сделать. Кроме того, излишне было приводить все однотипные изотермы и дифференциальные кривые распределения пор по размерам для гибридных материалов, особенно при малом содержании иодида серебра. Очевидно, что кривые практически совпадают с данными для мезопористых оксидов кремния, достаточно было текстурных характеристик, представленных в таблицах. То же самое касается однотипных дифрактограмм в малоугловой области.

6. Неясно, почему не представлены текстурные характеристики Aerosil 380 и гибридных материалов на его основе, при том, что синтез и исследование этих материалов проводилось?

Указанные замечания не имеют принципиального характера и не снижают общую положительную оценку диссертационной работы Аверкиной Анастасии Сергеевны.

### **Заключение**

Диссертационная работа Аверкиной Анастасии Сергеевны представляет собой законченную научно-квалификационную работу в которой на основании выполненных автором исследований, заключающихся в разработке технологических решений получения новых осадкопреобразующих реагентов на основе гибридных порошковых материалов  $\text{AgI-SiO}_2$  изложены новые научно обоснованные данные, имеющие существенное значение для развития химической промышленности и практической деятельности в области регулирования осадков.

Материалы диссертационного исследования соответствуют паспорту специальности 2.6.7 – Технология неорганических веществ: п. 1 (технологические процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты) и п.9 (разработка оптимальных структур и конструкций, а также инновационных технологий изготовления материалов с заданными потребительскими и технико-экономическими показателями для обеспечения снижения затрат на организацию их производства и повышение качества продукции).

По актуальности, научной новизне, теоретической и практической значимости, достоверности и обоснованности результатов, а также

сделанных выводов диссертация соответствует требованиям пунктов 9-11, 13, 14 «Положения о присуждения ученых степеней» (утв. Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842) и критериям «Порядка присуждения ученых степеней в ПНИПУ», утв. ректором ПНИПУ от 09 декабря 2021 г., а ее автор, Аверкина Анастасия Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидат технических наук по специальности 2.6.7 – Технология неорганических веществ.

Официальный оппонент:

доктор технических наук (научная специальность 05.17.01 – Технология неорганических веществ), доцент, профессор кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических процессов» ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»,

—  
>  
<  
/

Конькова Татьяна Владимировна

1.11.2022

125047, г. Москва, Миусская пл., д. 9

Тел.: +7 (906) 727-06-55

e-mail: [kontat@list.ru](mailto:kontat@list.ru)

Сайт: <http://www.muctr.ru>

Подпись Коньковой Т.В. заверяю



1.11.2022