

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор
Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Институт синтетических полимерных
материалов им. Н.С. Ениколопова
Российской академии наук
чл.-корр. РАН, д.х.н.



С.А. Пономаренко

« 25 » мая 2023 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

ФГБУН Институт синтетических полимерных материалов
им. Н.С. Ениколопова Российской академии наук (ИСПМ РАН)
по диссертационной работе Петкиевой Дианы Викторовны
«Карбонизация ориентированных поливинилспиртовых волокон,
пропитанных гидросульфатом калия»

Диссертационная работа Д.В. Петкиевой «Карбонизация ориентированных поливинилспиртовых волокон, пропитанных гидросульфатом калия» выполнена в Институте синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН (ИСПМ РАН) в лаборатории структуры полимерных материалов.

Тема диссертации была утверждена на заседании Ученого совета Института синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН 25 октября 2018 г. (протокол № 10).

В диссертационной работе использованы результаты, полученные при выполнении работ в соответствии с утвержденными планами фундаментальных научных исследований (госзадания):

- Плана научно-исследовательских работ ФГБУН Института синтетических полимерных материалов им. Н.С.Ениколопова Российской академии наук на 2013-2020 годы. Раздел V. "Химические науки и науки о материалах", подраздел 45 "Научные основы создания новых материалов с заданными свойствами и функциями, в том числе высокочистых и наноматериалов" Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы. Тема № 45.6;

- Программы фундаментальных исследований РАН. Тема 0086-2014-0007;
- Программы фундаментальных исследований РАН. Тема 0086-2018-0030;
- Программы фундаментальных исследований РАН. Тема 0086-2019-0007.

Д.В. Петкиева в 2010 году окончила Химфак МГУ им. М.В. Ломоносова по направлению подготовки «Химия», в 2013 году - очную аспирантуру МГУ по специальности 02.00.06 (высокомолекулярные соединения) и в этом же году была принята на работу в ИСПМ РАН на должность младшего научного сотрудника.

Научный руководитель:

Озерин Александр Никифорович, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова Российской академии наук (ИСПМ РАН), Отдел полимерных конструкционных материалов, заведующий отделом, главный научный сотрудник, член-корр. РАН, доктор химических наук.

Диссертационная работа Д.В. Петкиевой была заслушана на заседании Ученого совета ИСПМ РАН (протокол № 7 от 25.05.2023 г.).

На заседании присутствовало:

14 членов ученого совета (д.ф.-м.н. Александров А.И., д.х.н. Борщев О.В., к.х.н. Гетманова Е.В., д.х.н. Кузнецов А.А., чл.-корр. РАН, д.х.н. Озерин А.Н., чл.-корр. РАН, д.х.н. Пономаренко С.А., д.х.н. Лупоносов Ю.Н., д.х.н. Зезин А.А., д.х.н. Акопова Т.А., академик РАН, д.х.н. Музафаров А.М., д.х.н. Агина Е.В., д.х.н. Шевченко В.Г., д.х.н. Евтушенко Ю.М., к.ф.-м.н. Куркин Т.С.) и

12 научных сотрудников ИСПМ РАН (м.н.с. Гайдаржи В.П., м.н.с. Хмельницкая А.Г., к.х.н. Быкова И.В., н.с. Труль А.А., н.с. Балакирев Д.О., ст.н.с. Пискарев М.С., н.с. Григорьев Ю.А., ст.н.с. Кучкина И.О., ст.н.с. Гончарук Г.П., м.н.с. Голубев Е.К., ст.н.с. Кечежян А.С., н.с. Лебедев О.В.).

В ходе обсуждения диссертанту были заданы следующие вопросы:

Д.х.н., академик РАН Музафаров А.М.: Каким был решающий шаг, который продвинул работу? Выбор соли? Можно ли проводить карбонизацию в среде углекислого газа? Компенсирует ли Ваш материал производство карбонизованного волокна «Урал Т-15Р марка А» на основе вискозы?

Д.х.н., чл.-корр. РАН Чвалун С.Н.: Если сравнить механические характеристики вашего волокна и волокна «Урал Т-15Р марка А», то как они соотносятся между собой? Сохраняется ли исходная высокая ориентация макромолекул в карбонизованном материале «Урал Т-15Р марка А»? Снимали ли дифракцию в больших углах волокон, карбонизованных в НИИГрафит и промышленного волокна «Урал Т-15Р марка А»? Какова азимутальная полуширина рефлекса в образцах, полученных при 400°C и 1000°C? Как сохраняется ориентация? Случайно ли на малоугловых дифрактограммах ориентация исходного ПВС выглядит хуже, чем для ПВС, пропитанного гидросульфатом калия (слайд 7)? На масс-спектрах у вас выделяется сернистый

газ, но почему вы при этом вы не можете диагностировать точную концентрацию гидросульфата калия? Где локализован гидросульфат калия (во внутри- или в межфибрилярном пространстве) по данным малоуглового рассеяния? Какова молекулярная масса исходного ПВС- волокна?

Д.х.н. Борщев О.В.: Вы сказали, что количество соли (абсолютная величина) не оказывает заметного влияния на протекание процессов карбонизации. Чем тогда обусловлен выбор 18 часов пропитки в качестве технологического режима? Вы впервые, кто использовал комбинацию ПВС – волокно и гидросульфат калия?

Д.х.н. Кузнецов А.А.: Прозвучали фразы « каталитические количества», «катализ». Имеет ли эта система отношение к катализу? Гидросульфат калия вряд ли является катализатором, поскольку катализатор, в канонической формулировке, не расходуется в химическом процессе, а у вас соль расходуется). Так что же в итоге, гидросульфат калия – катализатор или реагент? Откуда взята нижняя реакция на слайде с химическими реакциями, из литературы?

Д.х.н., чл.-корр. РАН Пономаренко С.А.: Откуда появляется сернистый газ в схеме реакций, представленной на соответствующем слайде? Какова роль калия в ваших реакциях? Чем ваша разработка лучше, по сравнению с волокном «Урал Т-15Р марка А» на основе вискозы?

Личный вклад автора. Автор принимал личное участие во всех этапах выполнения работы: от постановки задачи исследования, формирования плана работ, проведения патентного поиска и анализа научно-технической литературы по проблеме, разработки методик исследования, подготовки образцов для исследований, до проведения эксперимента, обработки и теоретическом анализе экспериментальных данных, обсуждения результатов и подведения итогов исследования, подготовки публикаций по результатам исследований.

Достоверность полученных результатов работы обеспечивается использованием современных методов исследования, использованием аттестованного оборудования и измерительной аппаратуры, применением современных методов обработки и анализа экспериментальных данных.

Научной новизной данного исследования является то, что:

- впервые выполнено комплексное исследование структурных и химических превращений, сопровождающих карбонизацию ориентированных ПВС-волокон, пропитанных ГСК,

- впервые подобрана и оптимизирована схема термомеханической обработки для проведения предварительной термостабилизации ПВС-волокон, пропитанных ГСК;

- впервые подобрана и оптимизирована схема термостабилизации ПВС-волокон посредством термообработки ПВС-волокон, пропитанных ГСК, в

интервале температур 215-400°C по температурно-силовому профилю с оптимизированной нагрузкой на воздухе;

- впервые выполнены подробные исследования структурных изменений и химических превращений, сопровождающих термостабилизацию ПВС-волокон;

- впервые выполнено сравнительное исследование карбонизации ПВС-волокон после их термостабилизации как в воздушной, так и в инертной среде;

Практическая значимость работы заключается в том, что по результатам выполненного исследования предложен способ (схема) реализации непрерывного процесса получения углеродных волокон на основе ориентированных ПВС-волокон, модифицированных ГСК, оригинальность которого подтверждается патентом РФ на изобретение.

Соответствие диссертации паспорту научной специальности. Материалы диссертации соответствуют следующим направлениям исследований паспорта научной специальности 1.4.7. «Высокомолекулярные соединения»:

п. 4. Химические превращения полимеров – внутримолекулярные и полимераналоговые, их следствия. Химическая и физическая деструкция полимеров и композитов на их основе, старение и стабилизация полимеров и композиционных материалов;

п. 9. Целенаправленная разработка полимерных материалов с новыми функциями и интеллектуальных структур с их применением, обладающих характеристиками, определяющими области их использования в заинтересованных отраслях науки и техники;

п. 10 Решение технологических и экологических задач, связанных с первичной и вторичной переработкой полимерных материалов.

Полнота изложения материалов диссертации. Основные результаты работы опубликованы в 3-х статьях в журналах, рекомендованных ВАК и в 2-х сборниках тезисах докладов на профильных всероссийских конференциях с международным участием, одном Патенте РФ на изобретение. Всего опубликовано 3 статьи, 1 Патент РФ на изобретение, 2 тезиса докладов и сделан 1 доклад на конференции.

1. Petkueva D.V, Alkhanishvili G.G, Kurkin T.S, Ozerin A.N, Perov N.S, Rudakova T.A. Change in the structure of oriented poly(vinyl alcohol) fibers impregnated with potassium bisulfate during heat treatment in air. // Polym. Sci. Ser. A. – 2013. – V. 55. – P. 121–126.

2. Petkueva D.V, Golubev E.K, Kurkin T.S, Kechek'yan A.S, Rudakova T.A, Beshenko M.A, Ozerin A.N. Carbonized fibers based on polyvinyl alcohol. // Dokl. Chem. – 2017. – V. 477. – P. 274–277.

3. Petkiewa D., Ozerin A., Kurkin T., Golubev E., Ivan'kova E., Zelenetskii A. Carbonization of oriented poly(vinyl alcohol) fibers impregnated with potassium bisulfate. // Carbon Lett. -. 2020. – V. 30. – P. 637–650.

4. Петкиева Д.В., Озерин А.Н., Куркин Т.С., Голубев Е.К., Зеленецкий А.Н. Способ модификации (варианты) ориентированных ПВС-волокон и способ получения карбонизованных волокон (варианты) с использованием модифицированных ПВС-волокон в качестве предшественника. Патент РФ 2 722 507. Опубликовано: 01.06.2020, Бюл. № 16.

Основные результаты диссертационной работы докладывались на Третьей Всероссийской школе-конференции для молодых ученых «Макромолекулярные нанообъекты и полимерные нанокомпозиты» (2011 год) и Четвертой Всероссийской с международным участием школе-конференции для молодых ученых «Макромолекулярные нанообъекты и полимерные нанокомпозиты» (2012 год).

По итогам заседания Ученого совета принято следующее заключение.

Диссертационная работа Петкиевой Д.В. «Карбонизация ориентированных поливинилспиртовых волокон, пропитанных гидросульфатом калия» полностью соответствует требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК Минобрнауки России, утвержденного постановлением Российской Федерации от 24 сентября 2013 №842 и приказом Минобрнауки России от 10 ноября 2017 года № 1093, предъявляемых к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук.

По итогам заседания Ученого совета принято решение рекомендовать диссертационную работу Петкиевой Д.В. «Карбонизация ориентированных поливинилспиртовых волокон, пропитанных гидросульфатом калия» к защите на диссертационном совете Д 24.1.116.01 при ФГБУН Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН на соискание ученой степени кандидата наук по научной специальности 1.4.7. «Высокомолекулярные соединения (химические науки)».

Ученый секретарь ИСПМ РАН,
к.х.н.

Гетманова Е.В.