

В І Д Г У К

офіційного опонента

на дисертаційну роботу **Іваницького Станіслава Георгійовича**
на тему «**НАУКОВІ ЗАСАДИ ТА РОЗРАХУНКОВІ МЕТОДИ ОТРИМАННЯ
БАЗАЛЬТОВИХ НЕПЕРЕРВНИХ ВОЛОКОН З ПІДВИЩЕНИМИ
ХАРАКТЕРИСТИКАМИ МІЦНОСТІ**»,

поданої на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук

за спеціальністю 05.16.06 - порошкова металургія та композиційні матеріали.

Актуальність теми дисертації

В дисертаційній роботі поставлена та вирішена актуальна науково-технічна та практична задача дослідження та аналізу закономірностей процесу формування неперервних базальтових волокон, визначення впливу фізико-хімічних властивостей розплавів гірських порід на умови забезпечення в них однорідної структури, високих і стабільних показників міцності. Встановлення механізмів складних фізико-хімічних процесів, пов'язаних з кристалізацією та склуванням силікатних розплавів при формуванні волокон, має важливе наукове і практичне значення.

Ступінь обґрунтованості і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертації.

Обґрунтованість і достовірність наукових положень і результатів вирішення поставлених завдань забезпечена застосуванням сучасних методів і математичних моделей, приладів і обладнання. Для визначення в'язкості силікатних розплавів в даній роботі застосовувався ротаційний високотемпературний віскозиметр, крайовий кут змочування визначався візуально за допомогою високотемпературного мікроскопа на лабораторній оптичній установці, модуль пружності розплавів силікатів визначався за швидкістю поширення акустичних хвиль, що генеруються в діапазоні частот від 1 до 10 МГц, імпульсним методом.

Таким чином, наукові положення, висновки і рекомендації, що сформульовані в дисертації, є достовірними, а їх обґрунтування проведено з необхідною повнотою.

Наукова новизна отриманих результатів.

1. Вперше експериментально підтверджено і кількісно проаналізовано, що фізико-хімічні властивості розплавів гірських порід (в'язкість, кристалізаційна здатність, поверхневий натяг та ін.) і швидкість охолодження розплаву в області склування при отриманні волокон визначають величину міцності неперервного базальтового волокна. Вперше показано, що неоднорідність і дефектність структури волокон залежить від параметрів формування - температури вироблення, швидкості витягування неперервних волокон та рівня розплаву в живильнику.

2. Встановлено, що при формуванні неперервного базальтового волокна поверхневий натяг розплаву сприяє «заліковуванню» дефектів у вигляді пор, тоді як розтягуюче напруження при витягуванні волокна обумовлює їх зростання. Тому керування цими процесами за рахунок створення необхідного температурного поля в струмені, натяг та швидкості витягування є вагомим важелем підвищення міцності волокон. Вперше встановлено, що значне зниження міцності волокон при термообробці пов'язане з поруватістю волокон та розвитком мікрокристалічної фази в вихідних волокнах, яка оцінюється величиною температурного і часового інтервалів зони кристалізації.

3. Вперше встановлено, що витрата базальтових розплавів залежить від діаметра фільтри, рівня розплаву в живильнику та температури вироблення волокон і не залежить від швидкості їх витягування. Запропоновано емпіричні формули розрахунку величини витрати і швидкості течії розплаву в фільтрі, які враховують вплив параметрів формування волокон та реологічних властивостей розплавів.

4. Вперше запропоновано алгоритм оцінки температурної залежності в'язкості базальтових розплавів в струмені при отриманні волокон за допомогою рівняння Фогеля-Фулчера-Таммана. Встановлено, що температура склування базальтових розплавів зростає при збільшенні швидкості охолодження, а залежність оберненої температури склування від швидкості охолодження має лінійний характер.

5. Вперше розроблено математичну модель, що описує гідродинамічні, теплообмінні, реологічні процеси та перетворення в скломасі на всіх стадіях формування неперервних базальтових волокон. Модель призначена для аналізу впливу фізико-хімічних властивостей розплаву та вихідних параметрів формування на розвиток дефектів, показники міцності волокна, визначення температурної області склування, температурних і часових параметрів зони кристалізації.

Практичне значення результатів дисертації

Результати проведених в дисертації комплексних досліджень дозволяють науково обґрунтувати рекомендації по вибору сировини, поліпшенню управління технологічними параметрами виробництва безперервного волокон з високими і стабільними характеристиками міцності, вдосконалення кристалічної структури і зменшення в них дефектів.

Запропоноване в роботі емпіричне рівняння дозволяє розраховувати величину витрат розплавів і оцінювати продуктивність виробництва волокон без проведення додаткових експериментів. Отримані в роботі результати можуть бути застосовані при вдосконаленні існуючого і проектуванні нового технологічного обладнання для виробництва безперервних базальтових волокон. Загальні висновки дисертації можуть бути корисними при виробленні та експлуатації базальтоволокнистих композитів і виробів, дозволять поліпшити їх функціональні властивості. Матеріали дисертації підтверджені актом впровадження на ТОВ ВКП

«Чернівецький завод теплоізоляційних матеріалів» від 18 січня 2021 року і двома патентами України на корисну модель.

Повнота викладу результатів в опублікованих працях і авторефераті.

Результати дисертаційних досліджень повністю викладені автором в 27 наукових роботах, з яких 15 статей у наукових фахових виданнях, 12 з яких внесені до переліку наукових фахових видань, затверджених МОН України для захисту дисертаційних робіт, включаючи 2 статті в виданнях, що входять до міжнародних наукометричних баз даних (Web of Science), а також, 10 публікацій в матеріалах науково-технічних конференцій і двох патентах на корисну модель.

Публікації та автореферат повною мірою відображають зміст дисертаційної роботи. Аналіз публікацій автора дозволяє зробити висновок про повноту викладу основних наукових положень дисертаційному дослідженню.

ОЦІНЮВАННЯ ВМІСТУ ДИСЕРТАЦІЇ

У вступі обґрунтовано актуальність обраної теми дослідження, встановлено зв'язок роботи з науковими програмами, сформована мета і завдання досліджень, зазначений об'єкт і предмет дослідження, представлені методи досліджень властивостей, визначена наукова новизна і практичне значення роботи. Вказано особистий внесок здобувача, дані про апробацію та публікації результатів досліджень, структуру та обсяг дисертації.

У першому розділі розглянуті основні принципи технології виробництва неперервних базальтових волокон. Особлива увага приділена основним факторам, які впливають на характеристики міцності отриманих волокон, та можливості їх підвищення і стабілізації. Розглянуто вплив кристалізаційної здатності силікатних стекол на структуру волокон і розвиток в них дефектів.

Проведено критичний огляд сучасних моделей формування волокон. Розглянуто можливість існуючих моделей адекватно відображати реальні процеси і прогнозувати умови виробництва волокон з високими функціональними властивостями. Встановлено, що в більшості відомих моделей не розглядаються фізичні процеси, які відбуваються в області склування при переході розплаву з рідкого в твердий стан.

Висновки по аналізу літературних даних дозволили сформулювати мету і визначити основні завдання дослідження.

У другому розділі представлені методи експериментального дослідження фізико-хімічних і реологічних властивостей базальтових розплавів і структурно - механічних характеристик отриманих базальтових волокон. Викладені методики розрахункових і експериментальних досліджень властивостей розплавів і волокон, приводяться описи експериментальних установок і обладнання.

В якості модельних матеріалів вибрано базальти Підгірнянського та Берестовецького родовищ України, які відрізняються між собою по хімічному та мінералогічному складу. Стекла і розплави з модельних базальтів одержували на високотемпературній лабораторній печі за стандартною методикою з витримкою від 3 до 6 годин при температурі гомогенізації 1450 °С.

Проведено вимірювання в'язкості розплавів модельних базальтів на ротаційному високотемпературному віскозиметрі. Встановлено, що розплави Підгірнянського базальту характеризується високою в'язкістю, а розплави Берестовецького базальту відрізняються низькою в'язкістю. Одержано аналітичну залежність, яка апроксимує експериментальні дані по в'язкості розплавів модельних базальтів. Кристалізаційна здатність розплавів базальтів оцінювалась по температурі верхньої межі кристалізації методом загартування. Встановлено, що розплави Берестовецького базальту мають більше значення цього параметру в порівнянні з розплавами Підгірнянського базальту. Проведено вимірювання поверхневого натягу розплавів модельних базальтів методом максимального тиску бульбашки в інтервалі температур 1300-1450 °С і встановлено, що при зниженні температури значення в'язкості зростають. Густина розплавів базальтів в інтервалі температур 1300 - 1450 °С визначалась методом гідростатичного зважування платинової кульки.

Міцність волокон на розрив визначалась на динамометрі вагового типу по ГОСТ 6943.5-71. Представлені результати дослідження мікроструктури поверхні неперервних волокон методом оптичної мікроскопії в імерсійному середовищі на мікроскопі "Olympus VX60" в прямому та відбитому світлі. Аналіз мікроструктури поверхні неперервних волокон показує наявність кристалічної фази, тріщин та циліндричних пустот, причому концентрація дефектів залежить від параметрів формування волокон.

У третьому розділі представлено опис лабораторного стенду та методик з вивчення умов формування волокон. Досліджені гідродинамічні і термічні параметри течії розплавів базальтів в фільтрі, визначена температура і градієнт температури на виході фільтри.

Експериментальні дослідження закономірностей формування неперервного волокон проводилися на однофільтрній лабораторній установці. Визначення впливу кожного з основних параметрів на механізм волокноутворення та на величину масової витрати силікатних розплавів через фільтру проводилось з використанням багатофакторного аналізу.

Встановлено, що для малов'язкого розплаву Берестовецького базальту стабільне витягування неперервного волокна виявилось можливим лише на фільтрах с діаметром 1,8 мм в температурному інтервалі 1400 - 1450 °С., а для в'язкого розплаву Підгірнянського базальту на фільтрах з діаметром 1,8 мм в температурному інтервалі 1390 - 1450 °С.

Визначення температури розплаву на виході з фільтри шляхом вимірювань пов'язано з відомими труднощами. Для вирішення задачі теоретичного визначення температури розплаву на виході з фільтри розроблено математичну

модель, що описує теплообмін потоку розплаву з оточуючим повітрям через стінку фільери.

У четвертому розділі розглядаються методи аналітичних досліджень реологічних характеристик і поведінки скломаси модельних базальтів в області склування і твердіння при швидкому охолодженні та значній напрузі. Для оцінки в'язкості розплавів і стекол при низьких температурах застосовуються переважно аналітичні методи розрахунку, зокрема рівняння Фогеля-Фулчера-Таммана.

Визначено, що для знаходження температури склування необхідно визначити рівноважну швидкість охолодження від температури. Розрахунковим шляхом побудовані залежності швидкості охолодження розплаву Підгірнянського базальту в залежності від температури розплаву і, так само, залежність температури склування від швидкості охолодження розплавів базальтів.

При аналізі реологічного стану базальтових розплавів в області склування доведено, що кінцевий процес волокноутворення можна описувати в наближенні моделі Кельвіна-Фойхта, яка коректно описує ізотермічну деформацію в'язко-пружного непластичного тіла. Слід зазначити, що хоча інтервал склування і вузький, але процеси, що проходять в ньому, все ж не можна вважати повністю ізотермічними. Враховуючи це, можна зробити лише якісну оцінку перетворення текучої скломаси силікату у тверде волокно в області склування.

У п'ятому розділі представлені результати по розробці математичної моделі формування неперервного волокна з силікатних розплавів. Приведені результати розрахунків основних параметрів струменю, включаючи розтягуючу напругу, при різних умовах формування волокон.

В математичній моделі застосовано припущення: поперечний переріз струменя має форму круга; гідродинаміка течії струменя розглядається в 1-D наближенні, вектор швидкості має лише осьову складову; розподілення температури в струмені описується в 2-D наближенні – в осьовому і радіальному напрямках; густина, теплопровідність і теплоємність розплаву та сила натягу – постійні по довжині струменя; впливом гравітаційних сил і силою тертя струменя з повітрям можна знехтувати; при високих температурах, до області склування, розплав перебуває в стані нестисливої в'язкої рідини. З врахуванням цього була представлена система основних рівнянь моделі.

Розрахунково-експериментальним шляхом показана важлива роль розтягуючої напруги в еволюції розвитку пор в волокнах.

Дана математична модель використовується для оцінки впливу фізико-хімічних характеристик розплавів базальтів та параметрів формування на розвиток дефектів у волокні. Результати чисельного експерименту допоможуть визначити умови отримання волокон з підвищеними показниками.

У шостому розділі вивчається вплив параметрів формування на розвиток в волокні структурних дефектів різного походження, які визначають його міцність. На основі математичної моделі проведено аналітичне дослідження по визначенню

температурної та часової зони кристалізації, швидкості охолодження розплавів модельних базальтів в залежності від параметрів процесу формування.

На стадії формування волокон в розплаві утворюються мікрокристалічні зародки, які можуть зростати до кристалів великих розмірів. Для конкретного силікатного розплаву представлені оцінки температурного інтервалу зони кристалізації.

Кількість і розмір мікрокристалів, що утворилися в розплаві в зоні кристалізації, залежить не тільки від температурного інтервалу, але і від часу перебування розплаву в цьому інтервалі. Розрахунки показали, що концентрація зародків і розмір мікрокристалів, що утворилися в зоні кристалізації, тим менше, чим коротше проміжок часу, який визначає границі зони кристалізації. Міцність волокна, в основному, залежить від кількості дефектів на одиницю довжини волокна.

Зауваження до дисертації.

1. У переліку умовних позначень (стор. 19 - 21) зустрічаються неоднозначно описані величини, без вказівки їх розмірностей. Так, наприклад, T_0 - коефіцієнт рівняння ФФТ; Q - тепловий потік, швидкість охолодження; P_v - міцність волокна.

2. По всій роботі зайве використовуються умовні позначення. Цей факт значно ускладнює розуміння викладеного матеріалу.

3. В пункті 3.1.3 вводиться незрозумілий термін – «вузька фільєра».

4. У роботі зустрічаються некоректно описані елементи, на основі яких будуються математичні моделі. В пункті 3.3.1, замість терміну «внутрішньої поверхні стінки фільєри» вживається термін «внутрішня стінка фільєри».

5. У практичному значенні отриманих результатів бажано б вказати чисельні значення основних технологічних параметрів виробництва базальтових волокон, які визначають їх найбільш високі фізико-механічні характеристики.

6. Висновки по всій роботі представлені в дуже загальному вигляді. Бажано було б їх конкретизувати і привести конкретнішими значення технологічних режимів їх виробництва, вказати чисельні значення параметрів, що характеризують їх якість.

Зауваження, які зроблені до дисертаційній роботі, не стосуються кваліфікаційних ознак і не знижують при цьому її наукового рівня.

ЗАКЛЮЧНА ОЦІНКА ДИСЕРТАЦІЙНОЇ РОБОТИ

Дисертаційна робота Іваницького Станіслава Георгійовича є цілком завершеним, самостійним науковим дослідженням, що висвітлює актуальну тему і має вагоме теоретичне та практичне значення.

Тема роботи, об'єкт та предмет дослідження, її зміст, а також положення та висновки відповідають паспорту спеціальності 05.16.06 - порошкова металургія та композиційні матеріали.

Вважаю, що за актуальністю, науковою новизною, обсягом проведених експериментальних досліджень, їх науковою та практичною значимістю робота Іваницького Станіслава Георгійовича «Наукові засади та розрахункові методи отримання базальтових неперервних волокон з підвищеними характеристиками міцності», відповідає вимогам щодо дисертації на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук, зокрема пунктам 9, 11 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України від 24 липня 2013р. №567, а автор дисертації Іваницький Станіслав Георгійович заслуговує на присудження наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – порошкова металургія та композиційні матеріали.

Офіційний опонент

д.т.н., професор кафедри металургії

Інженерного навчально-наукового інституту

Запорізького національного університету,

доцент

В.О. Скачков

Директор ІННІ ЗНУ,

д.с.н., професор



Н.Г.Метеленко