

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного
бюджетного учреждения науки Ордена Трудового
Красного Знамени Института химии силикатов
им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук

академик

В.Я.Шевченко

« 7 » августа 2016 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН)

Диссертация «Фазовое разделение и физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ » выполнена в лаборатории физической химии стекла ИХС РАН.

В период подготовки диссертации соискатель Конон Марина Юрьевна работал в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук, Федеральное агентство научных организаций (ФАНО России), в должности инженера-исследователя (2010-2013 г.), младшего научного сотрудника (2013 г. – настоящее время).

В 2012 г. окончила Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)" с присуждением степени магистра техники и технологии по направлению «Химическая технология и биотехнология».

С 07.11.2012 по 6.11.2016 являлась соискателем ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия (приказ № 147-к от 07.11.2012).

Удостоверение № 53 от 30.05.2016 о сдаче кандидатских экзаменов выдано в 2016 г. Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В.Гребенщикова Российской академии наук.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук планируется к защите в совете, созданном при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Трудового Красного Знамени Институте химии силикатов им. И.В.Гребенщикова Российской академии наук, Федеральное агентство научных организаций (ФАНО России)

Научный руководитель – доктор химических наук, доцент Антропова Татьяна Викторовна. Работает заведующей лабораторией физической химии стекла, ИХС РАН, ФАНО России

Диссертационная работа Конон Марины Юрьевны на тему «Фазовое разделение и физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ » выполнена в соответствии с основными направлениями фундаментальных научных исследований РАН в рамках планов научных исследований ИХС РАН 2010-2012 г.г. (гос. регистрация № 01201052583) и 2013-2016 г.г. (гос. регистрация № 01201353825). Проведенные исследования поддержаны грантами РФФИ №11-03-00747-а, №12-03-31617-мол_а, №15-03-06258-а; (автор – исполнитель по проекту) и №16-33-00259 мол_а (автор – руководитель проекта).

Актуальность

Актуальность работы обусловлена отсутствием диаграммы состояния системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$, знание которой необходимо для целенаправленного синтеза железосодержащих натриевоборосиликатных стекол, востребованных в различных областях современного материаловедения (для получения полупроводниковых волокон, стеклянных эмалей, в качестве матриц для захоронения радиоактивных отходов, в медицине и строительной промышленности, для базовых матриц композиционных материалов для микро и наноэлектроники).

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации

В диссертации М.Ю. Конон представлены результаты работы, выполненной ею лично в лаборатории физической химии стекла ИХС РАН в период 2012 – 2016 г.г., которые включают литературный поиск; планирование эксперимента; синтез двухфазных стекол; подготовку образцов и их исследование методом дилатометрии; построение области ликвации на диаграмме состояния в изученных четырехкомпонентных щелочноборосиликатных системах; измерение электрических свойств двухфазных стекол; исследование их химической устойчивости в растворах HCl, по результатам которого были получены пористые стекла; получение

кварцонидных стекол в результате спекания пористых стекол; обработку результатов и подготовка всех публикаций.

Степень достоверности результатов проведенных исследований

Достоверность результатов основана на 1) применении известных физико-химических методов исследований, таких как: метод химического анализа, просвечивающая электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ, дилатометрия, метод измерения электропроводности при постоянном токе, измерение вязкости методом изгиба, адсорбционные методы (весовой, тепловая десорбция азота при 77 К), оптическая спектроскопия в видимой области спектра; 2) корректном использовании современного научного оборудования; 3) оценке воспроизводимости результатов измерений экспериментальных величин; 4) согласованности полученных результатов с данными научной литературы об однотипных объектах исследования.

Научная новизна результатов исследования

Впервые исследовано влияние содержания Fe_2O_3 , молярного соотношения $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ и тепловой обработки на физико-химические свойства (дилатометрические характеристические температуры, электропроводность, химическую устойчивость, вязкость) стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ новых синтезированных составов.

Впервые очерчена граница области ликвации в системе $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в разрезе 70 мол. % SiO_2 для температуры 550 °С, а также определены типы ликвационных структур и кристаллические фазы, формирующиеся в этих стеклах.

Впервые проведено систематическое исследование связи характеристических дилатометрических температур T_g и $T_{н.д.}$ с морфологией ликвационных фаз для четырехкомпонентных систем $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ и $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$.

Научная и практическая значимость

Результаты работы дают возможность определять наличие или отсутствие фазового разделения в стеклах, не проводя трудоемких исследований методом просвечивающей электронной микроскопии, а оценивая интервал между характеристическими дилатометрическими температурами. Используя очерченную область ликвации четырехкомпонентной системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$, можно прогнозировать составы стекол, перспективных для широкого практического применения. Полученные данные по области ликвации на диаграмме состояния, а также температурам стеклования и составам пористых стекол, позволят в дальнейшем вести направленное исследование положения

конодных плоскостей в четырехкомпонентной системе $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Ценность научных работ соискателя

В ходе проведенного научного исследования Конон М.Ю. обоснована необходимость изучения процесса фазового разделения (ликвации) в стеклах систем $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ и $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, ввиду решающего влияния ликвации на свойства и на пригодность целого ряда практических стекол. Успешно продемонстрирована применимость метода дилатометрии для исследования фазового разделения в изученных четырехкомпонентных системах. На диаграммах состояния очерчены температурные границы области ликвации, а также области формирования кристаллических фаз в железосодержащей системе. В диссертации эффективно использован комплекс современных химических, физико-химических и физических методов (химического анализа, просвечивающей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, адсорбционных методов (весовой, тепловая десорбция азота при 77 К), дилатометрии, метода измерения электропроводности и вязкости для исследования синтезированных материалов и обработки полученных результатов для установления связи "состав – структура – свойство". Выявленные закономерности имеют принципиальную научную новизну, что обусловило возможность опубликования полученных результатов в журнале "Физика и химия стекла", рекомендованном ВАК, а также в трудах научных конференций, посвященных проблемам физической химии стекла и материаловедения.

Специальность, которой соответствует диссертация

Основные научные положения диссертации М.Ю. Конон соответствуют формуле специальности 02.00.04 – физическая химия, поскольку в диссертации 1) осуществлен синтез новых стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ и проведено комплексное исследование их структуры и физико-химических свойств в зависимости от состава и режима тепловой обработки; 2) разработан критерий оценки количества фаз в стеклах для четырехкомпонентных систем $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ и $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, склонных к ликвации; 3) теоретической основой исследования являются общие физические законы жидкостного фазового разделения в стеклообразующих расплавах.

Результаты научного исследования, выполненного Конон М.Ю., соответствуют паспорту специальности 02.00.04 – физическая химия, п. 5. Изучение физико-химических свойств систем при воздействии внешних полей, а также в экстремальных условиях высоких температур и давлений; п. 11. Физико-химические основы процессов химической технологии; отрасль наук – химические науки.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем

Основные положения диссертации в полной мере опубликованы в 22 научных работах, 5 статей в рецензируемых журналах, из которых 4 статьи в журналах перечня ВАК, а также в тезисах 17 докладов на 16-ти международных и российских научных конференциях.

Статьи в научных журналах из перечня ВАК:

1. **Конон, М. Ю.** Электропроводность стекол системы $8\text{Na}_2\text{O} - (22 - x)\text{B}_2\text{O}_3 - 70\text{SiO}_2 - x\text{Fe}_2\text{O}_3$ / Конон М. Ю., Столяр С. В. // Физика и химия стекла. - 2015. - Т. 41. - № 6. - С. 901 – 904.
2. **Конон, М. Ю.** Физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в разрезе $8 \text{Na}_2\text{O}/70 \text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон, С. В. Столяр, Л. Ф. Дикая, И. Г. Полякова, И. А. Дроздова, Т. В. Антропова // Физика и химия стекла. - 2015. - Т. 41. - № 1. - С. 160 – 166.
3. Столяр, С. В. Критерий оценки двухфазности стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ по данным дилатометрии / С. В. Столяр, **М. Ю. Конон**, И. А. Дроздова, И. Н. Анфимова // Физика и химия стекла. - 2014. - Т. 40. - № 3. - С. 391-396.
4. Столяр, С. В. Дилатометрические исследования стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ / С. В. Столяр, **М. Ю. Конон**, И. Н. Анфимова, Т. Г. Костырева // Физика и химия стекла. Письма в журнал. – 2012. - Т. 38. - №6. - С. 832-837.

Публикации в материалах научных мероприятий и других изданиях

1. **Конон, М.** Leaching of phase-separated glasses in the $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ system / Konon M., Antropova T., Kostyрева T., Drozdova I., Polyakova I. // Chemical Technology. – 2016. – V. 67. – N. 1. – P. 7 – 12. DOI: 10.5755/j01.ct.67.1.14800.
2. **Конон, М. Ю.** Исследование новых двухфазных железосодержащих натриево-боросиликатных стекол методом дилатометрии / М. Ю. Конон // Материалы XI Молодежной научной конференции ИХС РАН. (9-10 декабря, 2010 г., Санкт-Петербург). – СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2010. – С. 65-66.
3. **Конон, М. Ю.** Влияние состава и режимов термообработки на тепловое расширение стекол системы $\text{Fe}_2\text{O}_3-\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ / М.Ю. Конон // Сборник тезисов докладов XII Молодежной научной конференции ИХС РАН в рамках Российской конференции – научной школы молодых ученых «Новые материалы для малой энергетики и экологии. Проблемы и решения». К 80-летию академика Я. Б. Данилевича (23 ноября 2011 г., Санкт-Петербург).- СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2011. – С.16.
4. **Конон, М. Ю.** Дилатометрические исследования стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в области ликвации / М. Ю. Конон // Сборник тезисов докладов VII Всероссийской конференции молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием по химии и наноматериалам «Менделеев-2013» (2-5 апреля 2013 г., Санкт-Петербург). – СПб.: Изд-во Соло, 2013. – С.161-163.
5. **Конон, М. Ю.** Дилатометрические исследования двухфазных стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в разрезе $8 \text{Na}_2\text{O}/70 \text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон, С. В. Столяр // Сборник тезисов Российской конференции с международным участием «Стекло: наука и практика» (6-8 ноября 2013 г., Санкт-Петербург). – СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2013. – С. 97-98.
6. **Конон, М. Ю.** Физико-химические свойства стекла $8\text{Na}_2\text{O}-18\text{B}_2\text{O}_3-70\text{SiO}_2-4\text{Fe}_2\text{O}_3$ / М. Ю. Конон, С. В. Столяр, И. Г. Полякова, Л. Ф. Дикая, Т. В. Антропова // Сборник тезисов Российской конференции с международным участием «Стекло: наука и практика» (6-8 ноября 2013 г., Санкт-Петербург). – СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2013. – С. 99.
7. **Конон, М. Ю.** Физико-химические свойства железосодержащих стекол натриевоборосиликатной системы / М. Ю. Конон // Материалы Международной конференции – научной школы молодых ученых «Новые материалы для электромашиностроения и радиоэлектроники» (XIV Молодежная конференция

- ИХС РАН, посвященная памяти академика Я.Б. Данилевича) (4 – 6 декабря 2013 г., Санкт-Петербург). - СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2013. – С. 46.
8. **Конон, М. Ю.** Электропроводность стекол системы $8(\text{Na}_2\text{O}+\text{Fe}_2\text{O}_3) - 22\text{B}_2\text{O}_3 - 70\text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон // Сборник материалов XI Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». (16-19 сентября 2014 г., Москва). – М.: ИМЕТ РАН, 2014. – С.219-220.
 9. **Конон, М.** Chemical durability investigation of phase-separated $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ glass suitable for new porous matrices / М. Konon, I. Anfimova, T. Kostyreva, T. Antropova // Abst. 6th FEZA Conf. “Porous systems: From Novel Materials to Sustainable Solutions” (8-11 September 2014, Leipzig, Germany). 2014. - P. 278.
 10. **Конон, М. Ю.** Электрические свойства натриевоборосиликатных стекол, содержащих (0.3 – 10) мол. % Fe_2O_3 / М. Ю. Конон // Сборник тезисов XV Всероссийской молодежной научной конференции с элементами научной школы – «Функциональные материалы: синтез, свойства, применение» (10-12 декабря 2014 г., Санкт-Петербург). – СПб.: Изд-во «ЛЕМА», 2014. - С. 131-132.
 11. **Конон, М. Ю.** Вязкость кварцидов, получаемых на основе стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ / М. Ю. Конон, С. В. Столяр, Л. Н. Куриленко // Материалы Всероссийской научной конференции с международным участием «II Байкальский материаловедческий форум» (29 июня – 5 июля 2015 г., Улан-Удэ). – Улан-Удэ.: Изд-во БНЦ СО РАН, 2015. - С. 63-64.
 12. **Конон, М. Ю.** Структура и свойства стекол системы $8(\text{Na}_2\text{O}+\text{Fe}_2\text{O}_3) - 22\text{B}_2\text{O}_3 - 70\text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон // Сборник тезисов V научно - технической конференции студентов, аспирантов, молодых ученых (с международным участием) «НЕДЕЛЯ НАУКИ – 2015 технологии XXI века» (25-27 марта 2015 г., Санкт-Петербург). СПб.: Изд-во СПбГТИ (ТУ), 2015. - С. 21.
 13. **Конон, М. Ю.** Влияние относительного объема проводящей фазы на электропроводность ликвидированных стекол системы $\text{Na}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон // Сборник материалов XII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (13 -16 октября 2015 г., Москва). - М.: ИМЕТ РАН, 2015. – С. 349 – 351.
 14. **Конон, М. Ю.** Химическая устойчивость стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в разрезе $8 \text{Na}_2\text{O}/70 \text{SiO}_2$ / М. Ю. Конон, Т. Г. Костырева, Л. Ф. Дикая, Т. В. Антропова // Материалы Региональной конференции «Инновационно – технологическое сотрудничество в области химии для развития Северо – Западного Региона России» (22-23 октября 2015 г., Санкт-Петербург). – СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2015. – С. 35.
 15. **Конон, М. Ю.** Разработка новых термостабильных материалов на основе стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ / М. Ю. Конон, С. В. Столяр, Т. В. Антропова // Сборник материалов Форума «Дни науки. Санкт-Петербург 2015. Новые материалы». (20-22 октября 2015 г., Санкт-Петербург) – М.: ООО «БУКИ ВЕДИ», 2015. - С. 250 – 252.
 16. **Конон, М. Ю.** Ликвационная структура и светопропускание двухфазных стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ / М. Ю. Конон, М. А. Гирсова, И. А. Дроздова, С. В. Столяр, Т. В. Антропова // Материалы научной конференции «Неорганическая химия — фундаментальная основа в материаловедении керамических, стеклообразных и композиционных материалов», посвященной 80-летию Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН. (4-5 марта 2016 г., Санкт-Петербург).- СПб.: ООО Изд-во «ЛЕМА», 2016. - С. 100 – 102.
 17. **Konon, M.** Phase separation in the $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ glass-forming system / M. Konon, S. Stolyar, I. Drozdova, I. Polyakova, T. Antropova // Abst. 24th International Congress on Glass (7-11 April 2016, Shanghai, China). - P. 286.
 18. **Konon, M., Antropova T., Kostyreva T., Drozdova I., Polyakova I.** Leaching of the Phase-separated Glasses in $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ system / M. Konon, T. Antropova, T. Kostyreva, I. Drozdova, I. Polyakova // Abst. The 7th International Conference on Silicate Materials "BaltSilica 2016" (26-27 May 2016, Kaunas. Lithuania). – Kauno technologijos universitetas, 2016. - P. 48.

Диссертация Конон Марины Юрьевны на тему «Фазовое разделение и физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ » представляет собой самостоятельно выполненную автором научно-квалификационную работу, в которой решена фундаментальная задача использования метода дилатометрии для изучения процесса фазового разделения в стеклах четырехкомпонентных систем с целью построения диаграммы ликвации стекол этих систем; проведено комплексное исследование структуры и физико-химических свойств синтезированных стекол в зависимости от их состава и условий тепловой обработки. Полученные результаты вносят вклад в развитие физической химии силикатов, а также обеспечивают решение важных прикладных задач, актуальность которых обусловлена широким развитием технологий микро- и нанoeлектроники, требующим создания новых материалов с регулируемыми физико-химическими свойствами. Она полностью соответствует критериям Положения о порядке присуждения ученых степеней, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

По результатам рассмотрения диссертации «Фазовое разделение и физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ » принято следующее заключение:

Диссертация «Фазовое разделение и физико-химические свойства стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Fe}_2\text{O}_3$ » Конон Марины Юрьевны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия.

Заключение принято на совместном заседании Научно-методических советов «Разработка новых принципов и методов синтеза материалов и химических продуктов (в том числе наноматериалов). Химическая энергетика и экология» и «Исследования в области наночастиц, наноструктур и нанокompозитов. Гибридные органо-неорганические системы» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук.

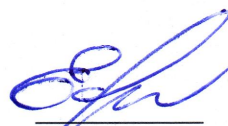
Присутствовало на заседании 45 научных сотрудников, в том числе докторов наук - 11 чел., кандидатов наук - 15 чел. Результаты открытого голосования: «за» - 45, «против» - нет, «воздержалось» - нет, протокол № 8 от «30» июня 2016 г.

Председатель
совместного
заседания научного - методических
советов (названия советов) ИХС
РАН


(подпись)

Лапшин А.Е., д.х.н., зам.
директора ИХС РАН по
научной работе

Секретарь заседания


(подпись)

Ефименко Л.П., д.х.н.,
ученый секретарь ИХС
РАН