

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Капустина Ивана Александровича «**Разработка технологии электроформования волокнистых материалов с пониженной температурой деструкции для анализа атмосферы** », представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.17.06 –технология переработки полимеров и композитов.

Контроль содержания радиоактивных аэрозольных частиц в атмосфере является важнейшей составляющей мониторинга окружающей среды. Особую важность вопросы радиационной безопасности приобретают в последнее время в связи с авариями на ядерных объектах. Волокнистые фильтрующие материалы, полученные методом электроформования, являются ключевым компонентом технических средств контроля. Усовершенствование этих материалов является весьма важной задачей. Поэтому актуальность постановки диссертационной работы по данной тематике не вызывает сомнения. Заявленной целью диссертационной работы Капустина Ивана Александровича является разработка научных и технологических основ создания полимерных волокнистых фильтрующих материалов, полученных методом электроформования (ЭФВ), с пониженной температурой деструкции и повышенной эффективностью фильтрации и пылеемкостью для осуществления низкоуровневого радионуклидного мониторинга атмосферы.

**Новизна работы** (в интерпретации оппонента) заключается в том, что диссертантом найдено изящное решение вопроса замены перхлорвиниловых фильтров, причем существенным улучшением качества фильтра. Впервые проведено систематическое изучение процесса получения материала на основе полистирольных микроволокон, позволяющая регулировать диаметр волокон в широких пределах путем изменения параметров процесса. Найдена рецептура раствора, позволяющая

изготавливать нановолокна. Найден режим озоления разработанного полистирольного волокнистого материала, при котором не происходит низких потерь радионуклидов. К сожалению, автором научная новизна сформулирована не вполне четко, о чем будет сказано ниже.

**Практическая значимость** работы сформулирована автором предельно четко. Она заключается в том, что диссертантом решена научно-техническая задача создания аналитического фильтрующего материала с температурой озоления 380<sup>0</sup>С с низким коксовым остатком, высокой пылеемкостью и эффективностью фильтрации. Разработана опытно-промышленная технология получения материала, разработан технологический регламент и выпущена опытная партия материала. Проведены натурные испытания, в которых получены хорошие результаты. Разработка запатентована, организовано серийное производство.

**Структура работы.** Диссертация Капустина И.А. изложена на 207 страницах, содержит 96 рисунков и 23 таблицы страниц. Она состоит из введения, литературного обзора, описания объектов и методов исследования и основной части, включающей 6 глав, выводов, списка использованной литературы из 93 наименований и трех приложений на 52 страницах.

Во введении обоснована актуальность работы по данной тематике.

**В главе 1** представлен обзор научно-технической литературы по тематике диссертации. Рассмотрены основные принципы мониторинга радиоактивных аэрозолей в атмосфере, недостатки применяемых для этой цели фильтрующих материалов, дано сравнение термических свойств разных полимеров для выбора оптимального полимера. Приведен исторический очерк развития технологии получения полимерных волокнистых материалов методом ЭФВ в нашей стране и за рубежом, дана динамика публикаций по теме. Приведена информация о видах промышленных технологий процесса ЭФВ в СССР, РФ и за рубежом. Имеется специальный раздел, посвященный анализу публикаций отечественных и зарубежных авторов по переработке полистирола и

полиметилметакрилата в волокнистые материалы методом ЭФВ. Разобраны требования к современным материалам для низкоуровневого мониторинга атмосферы. Описаны варианты аппаратурного оформления процесса ЭФВ в разных вариантах.

Обзор вполне соответствует тематике диссертации, достаточно полон, написан хорошо, за исключением отдельных замечаний, о которых будет сказано ниже.

**Глава 2** содержит описание объектов и методов исследования. В работе. Приведены характеристики используемых полимеров, растворителей. Дано описание методик исследования, примененных в работе: определения молекулярных масс методом ГПХ, вискозиметрии, измерения вязкости с использованием вискозиметра Брукфильда, измерения электропроводности, получения электронных микрофотографий нановолокон методом сканирующей электронной микроскопии. Термические свойства измеряли методами термогравиметрии, динамического термического анализа, термодесорбционной масс-спектрометрии. Оценку содержания целевых радионуклидов проводили методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Приведена методика отбора проб в реальных условиях эксплуатации материалов.

**В Главе 3** приведены основные результаты, относящиеся к разработке режимов процесса ЭФВ для выбранных полимерных волокнистых материалов. Исследованы зависимости динамической вязкости растворов от концентрации полимера в разных растворителях, зависимость диаметра волокон от изменения объемного расхода, вязкости, электропроводности, для разных систем полимер-растворитель. Полученный массив данных использован для построения 3D-диаграммы в координатах расход-вязкость, в которых рабочая зона имеет вид изогнутой поверхности. Диаметр волокна во всех режимах несколько уменьшается с увеличением электропроводности. Эта часть работы выполнена отлично.

**Глава 4** посвящена исследованию процесса термодеструкции фильтрующих полимерных материалов. Приведены кривые ТГА и ТМА для волокнистых материалов из перхлорвинила (ПХВ) и диацетилцеллюлозы (ДАЦ), применяемых в настоящее время, а также разрабатываемых материалов на основе полистирола и полиметилметакрилата. Показано, что деструкция разрабатываемых волокон проходит с нулевым коксовым остатком до  $380^{\circ}\text{C}$  и сопровождается брутто- эндотермическим эффектом, в отличие от волокон ПХВ и ДАЦ. Интересные данные получены методом масс-спектрометрии, подтвердившие. Что основным продуктом деструкции ПММА является мономер, а для полистирола – димеры и олигомеры. Автором показано, что метод позволяет точно измерить остаточное количество растворителя в волокне, что является методически весьма ценным результатом, который может найти применение и в других материалах, получаемых методом ЭФВ, особенно для материалов медицинской направленности. На основании полученных данных предложены оптимальные режимы озоления разрабатываемых волокнистых

**Глава 5** посвящена исследованию потерь целевых радионуклидов при озолении полимерных волокнистых материалов. На образцы готовых волокнистых материалов наносили раствор, содержащий широкий набор солей металлов в смеси неорганических кислот, образцы высушивали и подвергали озолению в двухступенчатом изотермическом режиме при  $250^{\circ}\text{C}$  и  $450^{\circ}\text{C}$ . Методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определяли количественный состав неозоляемого остатка. В ходе экспериментов показано, что состав неозоляемого остатка практически полностью совпадает с составом солей в растворе, то есть нет уноса определяемых элементов из образца в ходе озоления.

**В Главе 6** приведены детали разработки оптимальной полимерной волокнистой структуры аналитического материала и исследования физико-механических свойств.

В разрабатываемом материале должна сочетаться высокая эффективность улавливания и высокая пылеемкость. Последняя означает, что фильтр не должен терять эффективность при забивании. Разработка нового материала, удовлетворяющего противоположным требованиям, представляет собой типичную инженерную задачу. Эта задача блестяще решена диссертантом путем комбинирования в одном материале нановолокон с микроволокнами, расположенными в двух слоях, первый из которых состоит из микроволокон диаметром 10-13 мкм, а второй – из смеси волокон 3 мкм и 150 нм (10:1 по длине). Проведены испытания на сохранение физико-механических свойств материала при хранении. Установлено, что полистирольный материал практически не теряет в прочностных показателях, тогда как в материале на основе ПММА свойства заметно ухудшаются. На основании этих результатов материал на основе полистирола выбран для наработки опытной партии.

**Глава 7** посвящена разработке технологии получения полимерного волокнистого материала из основе полистирола на пилотной ЭФВ установке барабанного типа ФГУП НИФХИ им. Л.Я.Карпова. Разработан режим получения волокнистого материала из полистирола с заданным диаметром волокон. Выпущен технологический регламент процесса. Нарботана опытная партия волокнистого материала в количестве 200 м<sup>2</sup>.

Из всех представленных результатов диссертации по важности можно выделить два. Во-первых, автором найдено простое решение непростой проблемы - предложен материал, сочетающий легкую озоляемость и низкую стоимость.

**Выводы** сформулированы вполне четко и правильно отражают основные результаты работы, с учетом замечаний, которые отмечены ниже.

Второй наиболее интересный результат заключается в том, что предложена композиционная структура материала, обеспечивающая высокую улавливающую способность и высокую пылеемкость.

Третий важный результат - то, что детально разработаны технологические режимы процесса, то есть определено технологическое окно, обеспечивающее гладкое протекание процесса получения материала с заданным диаметром волокон, и выпущен технологический регламент.

Четвертый и самый важный результат - проведены натурные испытания материалов в реальных условиях мониторинга. Соответствующие акты испытаний приведены в Приложении и занимают 52 страницы.

Таким образом, автором последовательно решены все задачи, представленные им как шаги, запланированные для достижения заявленной цели работы.

Диссертационная работа И.А.Капустина хорошо структурирована, при формулировке цели намечены технические задачи, которые необходимо последовательно решить для достижения намеченных результатов. В работе использован большой арсенал инструментальных методов, что позволяет сделать вывод о высокой научно-методической квалификации диссертанта.

**По работе можно сделать следующие замечания.**

1. Название работы содержит термин «...волокнистые материалы с пониженной температурой деструкции...» является, с нашей точки зрения, терминологически не вполне точным, так как в полимерной химии термин «деструкция» означает химическое превращение и, следовательно, относится к веществу –полистиролу, для него как для вещества имеются табличные данные. Волокнистый материал - изделие, которое проходит технологическую операцию «озоление». Поэтому более подходящий термин для материала «...легко озоляемые волокнистые материалы...».
2. Данные, приведенные в литературном обзоре по классификации полимеров по пожароопасности, относятся к справочникам 1970-м гг. и значительно устарели.

3. В п.1 раздела «Научная новизна» имеются нечеткие формулировки например, «новизна заключается в получении новых данных». П.2 «...возможность получения материала...определяется характером ММР».
4. Не ясно, в каких единицах определен состав неозоляемых примесей (рис.80 диссертации). Если это содержание каждого компонента в 100 мг смеси, то сумма смеси больше 100 мг.
5. Кое-где имеются претензии к языку изложения. Он должен оперировать инженерными терминами. Напр. На 8 стр. Автореферата: «...диапазон вязкостей...». Термины «вязкость», «электропроводность» в научной литературе не употребляются во множественном числе. На стр. 9 вместо «были построены 3-D диаграммы написано «были построены поверхности». На стр. 13 автореферата: «...раствор..соединений редких земельных элементов» вместо «редкоземельных элементов».
6. При описании методики исследования реологических свойств с использованием вискозиметром Брукфильда часть описания относится не к вискозиметру Брукфильда, а к Реотесту.

Высказанные замечания относятся не к основному содержанию, а к представлению работы. Они не меняют очень высокой общей оценки диссертационной работы И.А. Капустина. По содержанию диссертация выполнена с большим запасом. Диссертантом решена важная научно-техническая задача разработки технологии нового высокоэффективного волокнистого фильтрующего материала для целей мониторинга атмосферы на предмет отсутствия в ней радиоактивных аэрозолей. Диссертационная работа является законченным научно-квалификационным исследованием, выполненном на высоком научном и экспериментально-методическом уровне. Публикации соответствуют содержанию диссертации. По критериям актуальности, научной новизны, практической значимости, количества и уровня публикаций она

соответствует требованиям п.9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней» ВАК Министерства образования и науки РФ, а соискатель- Капустин Иван Александрович безусловно заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.06 – переработка полимеров и композитов.

Официальный оппонент,  
заведующий лабораторией  
ФГБУН «Институт синтетических  
полимерных материалов  
им. Н.С. Ениколопова РАН»,  
доктор химических наук,  
профессор

31.03.2014

Подпись А.А. Кузнецова

Удостоверяю, ученый секретарь

ИСПМ им. Н.С.Ениколопова РАН, к.х.н.



А.А. Кузнецов

Т.В. Попова