

продолжительности цикла получения углеродного волокна из ПАН при одновременном снижении его энергоемкости с сохранением высоких физико-механических характеристик волокон, является, несомненно, актуальной.

Новизна и практическая значимость проведенных исследований и полученных результатов

В диссертационной работе Е.А. Трофименко предложен и экспериментально обоснован оригинальный подход к разделению процессов на стадии термостабилизации на два кинетических канала: без участия и с участием окислителя. По результатам исследования кинетики процессов термостабилизации ПАН-волокна выбран оптимальный температурно-временной режим обработки исходного материала. Впервые подробно исследована, описана и проанализирована методика проведения ускоренной термостабилизации ПАН-волокна, что позволило повысить производительность получения углеродных волокон с сохранением их высоких физико-механических характеристик. Впервые выявлена корреляция условий диффузии газа-окислителя с формированием структуры волокна типа «ядро-оболочка» и показана возможность управления данной структурой.

Диссертационная работа Е.А. Трофименко имеет, несомненно, большое практическое значение, которое подтверждается следующими достигнутыми результатами:

- получены кинетические характеристики процесса термостабилизации в условиях опытной установки с использованием 1-3 жгутов ПАН-волокна, что позволили обосновать необходимость организации ряда дополнительных зон температурной обработки с выбором рабочей температуры каждой зоны;
- предложен обоснованный выбор скорости потока газа-окислителя при термостабилизации волокна;
- предложена схема формирования гетерогенной структуры волокна с возможностью повышения гомогенизации структуры;
- разработана и апробирована опытная технология получения углеродного волокна с заданными характеристиками, допускающая масштабирование и внедрение в опытно-промышленное производство при одновременном снижении себестоимости его производства;
- наработано высокопрочное ($\sigma = 4.0-4.5$ ГПа) углеродное волокно со

стандартным модулем упругости ($E = 220-270$ ГПа) и линейной плотностью 760-780 текс. Общее время термостабилизации в этом процессе составляло всего лишь 30 мин.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов

Положения, выносимые на защиту, обладают научной новизной, теоретически обоснованы и экспериментально доказаны. Выводы по работе соответствуют содержанию диссертации, базируются на экспериментальном материале, не противоречат литературным данным, на которые имеются соответствующие ссылки в тексте диссертации.

Достоверность полученных данных и выводов на их основе подтверждается результатами использования комплекса современных физико-химических методов анализа, таких как прецизионное определение объемной и линейной плотности волокна, дифференциальная сканирующая калориметрия, микроскопия поперечного сечения волокон, испытание физико-механических свойств волокна в микропластике.

Использованные опытные экспериментальные установки, приборы, реактивы и методы исследования адекватны намеченной цели и задачам.

Апробация результатов исследования.

Результаты исследований опубликованы и апробированы в 11 научных работах, в том числе в 5 статьях в изданиях, индексируемых в международных базах данных научного цитирования Scopus, Chemical Abstracts, 5 работах в материалах всероссийских и международных конференций и симпозиумов. Получен 1 патент РФ.

Анализ содержания диссертационной работы

Диссертация Е.А. Трофименко состоит из введения, трех глав, заключения, списка литературных источников и двух приложений. Материал диссертации изложен на 151 странице, и включает в себя 51 рисунок и 31 таблицу. Список литературных источников содержит 65 наименований.

Во введении обосновывается актуальность исследуемой тематики, определяются цель работы, задачи исследования, объект и предмет исследования.

Глава 1 содержит литературный обзор научно-технической литературы в части описания и демонстрации взаимосвязи различных аспектов технологического процесса производства углеродных волокон, включая такие вопросы как синтез ПАН-прекурсора, формование волокон, последующая обработка формуемого ПАН-волокна, термостабилизация, низкотемпературная и высокотемпературная карбонизация волокон.

На основании анализа современного состояния проблемы и выявленных при этом актуальных нерешенных задач была сформулирована цель диссертационной работы Е.А. Трофименко, которая заключалась в оптимизации технологии производства углеродных волокон процесса за счет снижения времени протекания стадии стабилизации волокна.

Глава 2 содержит описание объекта исследования, методик определения объемной и линейной плотности волокна, методики измерения теплофизических характеристик волокон с использованием дифференциальной сканирующей калориметрии, методики оптической микроскопии в применении к исследованию волокон, методики определения физико-механических характеристик волокон в микропластике.

Глава 3 является основной в структуре диссертационной работы Е.А. Трофименко и содержит полученные им основные результаты исследований и их обсуждение.

Материал главы 3 сгруппирован в три блока экспериментов:

1. Предварительные исследования (2 эксперимента);
2. Разделение химических процессов, протекающих при термостабилизации ПАН-волокна (6 экспериментов);
3. Оценка безопасности протекания процесса в лабораторных и опытно-промышленных условиях (2 эксперимента).

Следует отметить, что описание и обсуждение каждого эксперимент является, по сути, самостоятельным подразделом экспериментальной главы 3, и подобное представление материала диссертации является достаточно логичным и удобным для читателя.

В Заключении приведены основные результаты диссертационной работы, среди которых можно выделить следующее.

Исходя из известных стадий процесса, используемых при получении углеродного волокна, в качестве перспективного варианта снижения себестоимости производства предложен и реализован вариант снижения времени термостабилизации волокна с используемых в отечественной промышленности 90 мин до 30 мин.

В качестве критериального параметра стабилизации волокна обоснована величина его объемной плотности, значение которой должно составлять не менее 1.36 г/см^3 .

Теоретически обоснована и практически реализована методика разделения процессов, обычно параллельно протекающих на волокне в процессе термостабилизации, посредством введения стадии стабилизации с азотом, способствующей накоплению циклизированных фрагментов в структуре волокна. При помощи данной стадии удалось снизить общее время стабилизации до 30 мин, увеличив тем самым эффективность термообработки волокна.

Проведена оптимизация температурных условий обработки для получения требуемых физико-механических характеристик волокна в процессе ускоренной термообработки.

Список литературных источников (список цитируемой литературы) включает 65 наименований.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационной работы

Результаты диссертационной работы Е.А. Трофименко могут быть использованы заводами и компаниями, занимающимися авиастроением (Объединенная авиастроительная корпорация (ОАК), Улан-Удэнский авиационный завод, ПАО Арсеньевская авиационная компания и др.), а также производством композиционных материалов различного назначения на базе углеродных волокон (АО «ЮМАТЕКС» Госкорпорации «Росатом», ООО "Аргон", ООО «Композит», АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», ФАУ «ЦАГИ», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ», АО «Концерн «Калашников», АО «НИИ Графит», и др.).

Вопросы и замечания по диссертационной работе

В качестве замечаний по материалам диссертационной работы Е.А. Трофименко можно отметить следующее.

Замечание 1. На стр. 100 диссертации читаем: "...Воспользовавшись данным уравнением, получили значения степени превращения исходных структур, которые были линеаризованы в координатах $1/(1-X)=f(t)$, что свидетельствует о втором порядке реакции циклизации ПАН (рисунок 39)...".

Почему выполненная линеаризация так сильно ограничена по временами реакции и включает только диапазон 0 – 60 мин? Ведь в таблице 15 диссертации представлены данные вплоть до 810 мин. Если учесть все данные, то фитирование зависимости $X(t)$ для температуры зоны 260°C экспонентной с асимптотой (первый порядок реакции) дает значение параметра R-Square (COD) = 0,96714, в то время как

фитирование гиперболой (второй порядок реакции) всего лишь R-Square (COD) = 0,9222. Такая же ситуация наблюдается и для двух других температур зон (240 и 220°C).

Анализируемая реакция относится к классу полимераналогичных, которые имеют первый порядок. Если у автора второй порядок реакции, а реагент один (фрагмент полимерной цепи), то откуда берется второй реагент?

Замечание 2. На стр. 41 читаем: "...Подвижность молекулярных цепей, позволяет скользить им вдоль друг друга, образуя поперечные связи типа диполь-дипольного взаимодействия и формируя двумерную структуру [43]..."

В списке литературных источников автор ссылается на работу: 43. Dumbleton J. H., Bell J. P. The collapse process in acrylic fibers //Journal of Applied Polymer Science. – 1970. – Т. 14. – №. 9. – С. 2402-2406.

Однако при копировании публикационных данных из списка цитирования оригинального источника информации (монографии) была ошибочно скопирована ссылка, соседняя с правильной:

Должно быть: 116. Henrici-Oliver G, Oliver S, Adv Polym Sci, Springer-Verlag, Berlin, 32, 127, 1983 – правильная.

Скопировано: 117. Dumbleton JH, Bell JP, The collapse process in acrylic fibers, J Appl Polym Sci, 14, 2402–2406, 1970 соседняя с правильной.

Замечание 3. На стр. 49 читаем: "...Впервые такую систему применили Toho Beslon в 1978 году [53]..."

В списке литературных источников диссертации эта работа имеет номер: 50. Saito K, Ogawa H, Process for producing carbon fibers, Toho Beslon Co, U.S. Pat., 4069297, Jan 1978.

Замечание 4. На стр. 61 читаем: "...Предположительно, данная зависимость обуславливается тем, что в процессе стабилизации в инертной среде не происходит конкурирующих за центры активации реакций циклизации и дегидрирования..."

По всей видимости, имелось в виду "не происходит конкуренции"?

Замечание 5. На стр. 62 читаем: "...Вся экспериментальная работа проводилась на базе волокна из одной партии, для избегания ошибки в эксперименте ввиду возможной нестабильности свойств..."

О какой нестабильности свойств может идти речь для промышленного ПАН-волокна марки Jilin 12k компании Jilin Chemical Fibers Group Co. Ltd?

Замечание 6. На стр. 94 читаем: "...Рисунок 35 — Примерное графическое представление изменения концентраций в системе при протекании процесса окисления (реакция через промежуточный продукт А)..."

Есть исходный ПАН + структура А + стабилизированные структуры. Почему визуально не сходится материальный баланс на рисунке 35?

Замечание 7. На странице 95 на рисунке 36 отсутствует масштаб оси ОХ (минуты).

Замечание 8. В Списке литературных источников из 65 процитированных работ только 10 работ опубликованы за последние 10 лет.

Замечание 1 по сути диссертационной работы носит дискуссионный характер, остальные замечания не являются принципиальными. Все замечания не снижают высокой оценки диссертационного исследования.

Тема диссертационной работы Е.А. Трофименко, ее основные научные положения, результаты и выводы соответствуют паспорту специальности 2.6.12. Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ (отрасль науки – технические), в частности:

п.10. Неметаллические углеродсодержащие материалы. Физико-химические принципы технологии углеродных материалов и изделий, включают стадии подготовки исходных материалов, смешивания и гомогенизации компонентов, формования заготовок или изделий, их упрочнения, высокотемпературных процессов, обработки материалов и изделий для придания им требуемых свойств, формы и размеров. Технологии производства углеродных материалов различного назначения, технический углерод. Сырьевые углеродсодержащие материалы.

Автореферат соответствует структуре и содержанию диссертации.

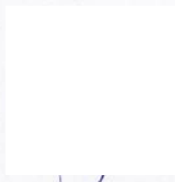
Диссертационная работа Е.А. Трофименко является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании экспериментальных и теоретических исследований решена актуальная проблема разработки технологии ускоренной стабилизации ПАН жгута для получения высокопрочных углеродных волокон углерод-углеродного материала с повышенными физико-механическими характеристиками.

Диссертация Е.А. Трофименко отвечает требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном

образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденного приказом и.о. ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева от 14.09.2023 г. № 103 ОД, а её автор, Трофименко Евгений Александрович, заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.12. Химическая технология топлива и высокоэнергетических веществ.

Отзыв ведущей организации на диссертацию Е.А. Трофименко рассмотрен и утвержден на расширенном научном семинаре Отдела полимерных конструкционных материалов ИСПМ РАН «17» марта 2026 г. (Протокол №2 от «17» марта 2026 г.).

Заведующий отделом
полимерных конструкционных материалов
ИСПМ РАН,
доктор химических наук, чл.-корр. РАН


А.Н. Озерин

Подпись Озерина Александра Никифоровича удостоверяю.

Начальник отдела кадров
ИСПМ РАН


Н.В. Савина

Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки «Институт синтетических
полимерных материалов им. Н. С. Ениколопова»
Российской академии наук

117393, Москва, Профсоюзная улица, 70
Телефон: +7 (495) 332-58-27 / +7 (495) 335-91-00
E-mail: getmanovaev@ispm.ru

