

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Пикуровой Елены Витальвны
«Применение анионообменного синтеза для получения наноразмерных порошков $Y_3M'_5O_{12}$ и $M''Al_2O_4$ ($M'=Fe, Al$; $M''=Co, Ni$), наночастиц кобальта и его оксидов»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по
специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ

Работа Пикуровой Е.А. посвящена развитию химических и физико-химических основ технологических процессов анионообменного осаждения для получения сложных оксидных систем. В работе представлены результаты исследований, направленных на разработку новых методов синтеза наноразмерных оксидных порошковых материалов сложного химического состава с заданными функциональными характеристиками. Изучены процессы фазо- и структурообразования в условиях термических и сольвотермических превращений исходных реагентных смесей. Актуальность исследования обусловлена необходимостью разработки физико-химических основ технологии сложнкомпонентных оксидных материалов с заданными функциональными характеристиками для применения в электронике, лазерной технике, спинтронике и других отраслях промышленности, и не вызывает сомнений.

Научная новизна работы заключается в том, что:

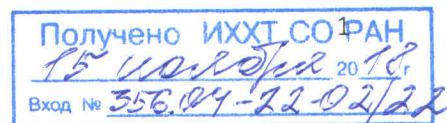
- разработаны основы технологии многокомпонентных оксидных наноматериалов, обеспечивающие возможность контролируемого совместного осаждения гидроксидов металлов с применением анионообменных смол и последующей их термической обработки с образованием оксидных порошковых функциональных материалов заданного состава и с требуемыми функциональными характеристиками;

- разработаны технологические основы метода синтеза гибридного анизотропного (слоистого) органо-неорганического материала $Co(OH)_2@SDS$, с величиной межслоевого расстояния более 40 нм.

Практическая значимость работы состоит в том, что автором разработаны физико-химические основы технологических процессов производства керамических пигментных материалов (Патент РФ №2484025, №2482143) и ферромагнитных материалов (Патент РФ №2509625, №2576271) имеющих широкое применение в промышленности

При проведении исследований соискателем:

- определены технологические факторы доминирующего влияния (рН осаждения, порядок технологических операций, тип противоиона и др.) на процесс анионообменного осаждения смешанных гидроксидов металлов, характеризующихся сильно различающимися



величинами произведения растворимости, позволившие достичь выхода целевого продукта на уровне до 90 %;

- показано влияние условий синтеза (состав исходных растворов, температура обработки, химический состав и др.) на структуру, морфологию, магнитные и оптические характеристики нанодispersных порошков CoAl_2O_4 , NiAl_2O_4 , $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, при этом доказана возможность снижения температуры формирования смешанного оксида при синтезе гидроксида с применением смолы АВ-17-8(ОН), за счет снижения энергии активации процессов фазообразования при уменьшении средних размеров исходных кристаллитов.

Достоверность выдвигаемых на защиту научных положений и результатов обусловлена использованием современных физико-химических и физических методов анализа и обширным набором экспериментальных данных, полученных в ходе выполнения работы. Привлечением математического аппарата и методов математического планирования эксперимента и оценки погрешностей измерений.

В этой связи основные выводы работы не вызывают сомнения.

Структура диссертационной работы.

Диссертационная работа Пикуровой Е.В. изложена на 111 страницах машинописного текста, включая список литературы из 181 наименования. Во введение сформулированы цель работы, задачи исследования, изложены положения, выносимые на защиту, научная новизна работы и ее практическая значимость, обоснована достоверность полученных результатов. Диссертация содержит 37 рисунков и 9 таблиц.

В первой главе проведен критический анализ научно-технической и патентной литературы по теме исследования, обоснована актуальность цели работы и сформулированы основные задачи исследования. Во второй главе представлены методы и методики получения и исследования веществ. Описаны использованные в работе физические методы (XRD, SEM, PEM, XANES и др.) и физико-химические методы анализа (DSC, TGA и др.).

Третья глава диссертации посвящена экспериментальным исследованиям синтеза гранатов и шпинелей с применением анионообменного осаждения, в результате которых выбраны условия получения $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, CoAl_2O_4 , NiAl_2O_4 с заданными функциональными характеристиками.

Четвертая глава диссертации описывает результаты экспериментальных исследований по разработке основ технологии синтеза гибридных органо-неорганических материалов на основе гидроксида кобальта (II). Исследован процесс термического превращения таких соединений в н-октаноле и углеводородном масле (ВМ-6). При этом

установлено что процесс сольвотермического разложения гибридных органико-неорганических материалов на основе оксида кобальта (II) приводит к образования нанодисперсных кобальтсодержащих продуктов, характеризующихся уникальными физическими (магнитные, спектральные и др.) и физико-химическими (морфология частиц, удельная поверхность, кислотно-основные свойства и др.) свойствами.

Результаты работы прошли широкую апробацию на международных и всероссийских научных мероприятиях и опубликованы в 21 научной публикации, включая 7 научных статей в журналах из списка рекомендованного ВАК РФ и 5 патентов РФ, и могут найти применение в научно-исследовательских институтах и высших учебных заведениях химического профиля при решении задач, связанных с разработкой технологий неорганических веществ, а так же прикладных исследований таких организаций как: ФГУП "РНИИ "Прикладная химия" (г. Санкт-Петербург), ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Курнакова» РАН (г. Москва), АО «Гиредмет» (г. Москва) и др.

Автореферат диссертации в полной мере отражает содержание диссертационной работы.

Высоко оценивая фундаментальную и прикладную значимость работы, тем не менее, по тексту работы возникает ряд **вопросов и замечаний**:

- на рисунках 14 (стр. 59), 18 (стр. 64), представлены спектры диффузного отражения полученных порошковых материалов, при этом не обозначена ось ординат (R, %), а на спектрах обозначены положения максимумов, что не имеет физического смысла, поскольку в спектрах диффузного отражения только положения минимумов может быть вызвано специфическим поглощением материала (ширина запрещенной зоны, положение плазменного резонанса и др.);

- на рисунке 15 (стр. 60) представлены ИК-спектры полученных шпинелей, при этом остается не ясным: спектры поглощения или пропускания представлены на рисунке, и какова шкала по оси ординат?;

- зачастую в тексте диссертации автор при обозначении градусов Цельсия использует недопустимое «⁰C» вместо «°C», например, стр. 17-19, 23, 24, 27, 39-41, 50, рис. 25 (стр. 73) и др.;

- из текста раздела «3.2.1 Поиск оптимальных условий...» (стр. 54-62), не ясно каким методом автор осуществлял процесс оптимизации технологических параметров синтеза, что было выбрано в качестве критериев оптимальности и варьирующихся параметров?;

В целом, текст автореферата и диссертации Пикуровой Е.В. написаны достаточно ясным языком, материал изложен в логической последовательности, а приведенные замечания не снижают общего благоприятного впечатления.

Диссертация Пикуровой Е.В. является законченной научно-квалификационной работой и в полной мере соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ, поскольку посвящена развитию химических и физико-химических основ технологических процессов анионообменного осаждения для получения сложных оксидных систем (п. 1 формулы «Производственные процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты») и посвящена разработке новых методов синтеза наноразмерных оксидных порошковых материалов сложного химического состава с заданными функциональными характеристиками, п. 1 паспорта специальности.

В целом, диссертационная работа Пикуровой Е.В. «Применение анионообменного синтеза для получения наноразмерных порошков $Y_3M'_5O_{12}$ и $M''Al_2O_4$ ($M'=Fe, Al$; $M''=Co, Ni$), наночастиц кобальта и его оксидов», соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК Минобнауки РФ, а ее автор – Пикурова Елена Витальевна – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Зав. Лабораторией 1108 Сибирского физико-технического
Института им. акад. В.Д. Кузнецова Томского государственного
университета, доктор химических наук (05.17.02; 02.00.04),
доцент (05.17.02)

Виктор Иванович Сачков

Подпись д.х.н., доцента В.И. Сачкова

яю,

14.11.2018

Ученый секретарь НИ ТГУ, к.т.н. Н.А. Сазонтова

Н.А. Сазонтова

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский государственный университет»,
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, (3822) 529-852,
www.tsu.ru, rector@tsu.ru