

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.021.01

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

Аттестационное дело № \_\_\_\_\_

Решение диссертационного совета от «13» июня 2018 г., протокол № 28

О присуждении Николаеву Виталию Александровичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Золь-гель синтез наноматериалов различного типа на основе диоксида и карбида титана» по специальности 02.00.01- неорганическая химия принята к защите 11 апреля 2018 года, протокол №26, диссертационным советом Д 002.021.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук, Федеральное агентство научных организаций Российской Федерации (119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 31), приказ о создании диссертационного совета №105/нк от 11 апреля 2012 года.

Соискатель Николаев Виталий Александрович, 1989 года рождения, в 2012 году окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», в 2016 году освоил программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук). Обучение в аспирантуре совмещал с работой в должности старшего лаборанта с высшим профессиональным образованием в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук в лаборатории химии легких элементов и кластеров.

Диссертационную работу соискатель Николаев Виталий Александрович выполнял в лаборатории химии легких элементов и кластеров Федерального

государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН).

Научный руководитель - **Севастьянов Владимир Георгиевич**, член-корреспондент РАН, доктор химических наук, профессор, главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

**Малыгин Анатолий Алексеевич**, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой химической нанотехнологии и материалов электронной техники Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета)»

**Перевислов Сергей Николаевич**, кандидат технических наук, начальник сектора отдела конструкционной керамики акционерного общества «Центральный научно-исследовательский институт материалов»

**Ведущая организация** – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», г. Москва, в своем положительном заключении, утвержденном проректором по науке РХТУ им. Д.И. Менделеева доктором химических наук Щербиной Анной Анатольевной, составленном заведующим кафедрой Наноматериалов и нанотехнологий РХТУ им. Д.И. Менделеева член-корреспондентом РАН, доктором химических наук, профессором Юртовым Евгением Васильевичем и профессором кафедры Наноматериалов и нанотехнологий РХТУ им. Д.И. Менделеева доктором химических наук Королёвой Мариной Юрьевной, указала, что соискатель успешно справился с задачами исследования, и по своей новизне, объёму, научному и практическому значению диссертация Виталия Александровича Николаева соответствует пунктам 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК №842 от 24 сентября 2013 г. и отвечает всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор Виталий Александрович Николаев заслуживает присуждения искомой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия.

Соискатель имеет 11 опубликованных работ, в том числе 11 работ по теме диссертации, из них – 4 статьи, опубликованные в профильных рецензируемых научных журналах. В опубликованных диссертантом и соавтором работах полностью отражены основные результаты диссертационной работы (1. Симоненко Е.П. Синтез нанокристаллического карбида кремния с использованием золь–гель метода / Симоненко Е.П., Симоненко Н. П., Дербенев А. В., Николаев В. А., Гращенков Д. В., Севастьянов В. Г., Каблов Е. Н., Кузнецов Н. Т. // Журн. неорг. химии. – 2013. – Т. 58. – № 10. – С.1143–1151. 2. Симоненко Н. П. Влияние состава комплексов  $[Ti(OC_4H_9)_{4-x}(O_2C_3H_7)_x]$  и условий их гидролиза на процесс золь–гель синтеза диоксида титана / Симоненко Н. П., Николаев В. А., Симоненко Е. П., Севастьянов В. Г., Кузнецов Н. Т. // Журн. неорг. химии. – 2016. – Т. 61. – № 8. – С. 975–986. 3. Симоненко Н.П. Получение тонких наноструктурированных пленок диоксида титана с применением золь–гель технологии / Симоненко Н. П., Николаев В. А., Симоненко Е. П., Генералова Н. Б., Севастьянов В. Г., Кузнецов Н. Т. // Журн. неорг. химии. – 2016. – Т. 61. – № 12. – С. 1566–1572. 4. Sevastyanov V. G. Sol-gel made titanium dioxide nanostructured thin films as gas-sensing materials for the detection of oxygen / Sevastyanov V. G., Simonenko E. P., Simonenko N. P., Mokrushin A. S., Nikolaev V. A., Kuznetsov N. T. // Mendeleev Commun. – 2018. – No.28. – P.164–166), обоснована перспективность исследований, новизна подходов, актуальность и ценность полученных результатов для развития данной области знаний. Так, впервые систематически изучено влияние состава координационной сферы титана в алкоксоацетилацетонатах и их реакционной способности при гидролизе и поликонденсации на процесс кристаллизации  $TiO_2$  и реакционную способность состава « $TiO_2$ -С» при карботермическом синтезе карбида титана. Это позволило разработать новые подходы к золь-гель синтезу наноматериалов различного типа на основе диоксида и карбида титана с заданным фазовым составом, дисперсностью и микроструктурой: в виде порошков, тонких плёнок, объёмной керамики и компонентов композиционных материалов.

На автореферат поступили отзывы доктора химических наук, ведущего научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения РАН **Баклановой Натальи Ивановны**; доктора химических наук, профессора Института химии Федерального государственного образовательного



учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» **Лопатина Сергея Игоревича.**

В поступивших отзывах отмечается новизна, актуальность, теоретическая и практическая значимость и ценность полученных результатов диссертационной работы. В качестве критических замечаний в отзывах на автореферат отмечены отсутствие объяснения перехода анатаз-рутил для диоксида титана, полученного из раствора с меньшей концентрацией, при меньшей температуре, с чем связана стабилизация фазы анатаза, полученной в виде плёнки, как влияет температура синтеза на размерность получаемых частиц, могут ли образовываться оксикарбиды при взаимодействии диоксида титана с углеродом. Во всех отзывах отмечен частный характер замечаний, не влияющих на общую высокую оценку диссертационной работы, и соответствие диссертационной работы действующим требованиям, предъявляемым к работам такого уровня.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается профилем их специализации, близкой к теме диссертации, а также широкой возможностью дать объективную оценку всем аспектам диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

1. *Впервые систематически изучено* влияние состава координационной сферы титана в алкоксоацетилацетонатах и их реакционной способности при гидролизе и поликонденсации на процесс кристаллизации  $TiO_2$  и реакционную способность состава « $TiO_2$ -C» при карботермическом синтезе карбида титана. Это позволило разработать новые подходы к золь-гель синтезу наноматериалов различного типа на основе диоксида и карбида титана с заданным фазовым составом, дисперсностью и микроструктурой: в виде порошков, тонких плёнок, объёмной керамики и компонентов композиционных материалов.
2. *Доказана* зависимость скорости формирования геля при гидролизе алкоксоацетилацетонатов титана от соотношения лигандов в составе координационной сферы титана.
3. *Исследован* процесс кристаллизации тонких наноструктурированных плёнок диоксида титана. *Выявлено* влияние вязкости и количества циклов нанесения прекурсоров на их микроструктуру и фазовый состав.

4. *Показана* существенная зависимость между чувствительностью тонкопленочного газового сенсора на кислород и дисперсностью, и фазовым составом нанокристаллических плёнок  $\text{TiO}_2$ .
5. *Предложены* новые оригинальные методы изготовления пористой наноструктурированной карбидтитановой керамики в результате синхронного высокотемпературного компактирования и карботермического синтеза  $\text{TiC}$ ; функционально-градиентных композиционных материалов  $\text{SiC/TiC}$ , в которых формирование карбида титана происходит непосредственно в объёме пористого  $\text{SiC}$ -каркаса.

Применительно к проблематике диссертации:

1. Результативно использован комплекс экспериментальных методик, включающих неорганический синтез титансодержащих прекурсоров, приёмы золь-гель технологии получения связнодисперсных коллоидных систем, метод получения тонких плёнок, методы высокотемпературной химии, в том числе искровое плазменное спекание и горячее прессование, синтез при пониженном давлении.
2. На примере создания модифицирующей нанокристаллической карбидной матрицы при получении функционально-градиентного материала  $\text{SiC/TiC}$  *подтверждено предположение* о том, что путём варьирования состава координационной сферы титана в титансодержащих прекурсорах возможно направленно изменять толщину уплотненной приповерхностной области и создавать градиент состава композита по глубине.
3. *Выявлена* зависимость от структуры прекурсоров реакционной способности и микроструктуры высокодисперсных составов « $\text{TiO}_2\text{-C}$ », полученных в результате гидролиза алкоксоацетилацетонатов титана в присутствии полимерного источника углерода и последующей термической обработки при пониженном давлении.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

1. *Разработан* оптимизированный метод получения тонких наноструктурированных плёнок диоксида титана для тонкопленочного газового сенсора на кислород.

2. *Создан* новый метод получения пористой TiC-керамики, включающий карботермический синтез непосредственно в ходе изготовления материала при искровом плазменном спекании или горячем прессовании высокодисперсного химически активного состава «TiO<sub>2</sub>-C» с разной реакционной способностью, полученного золь-гель методом.
3. *Предложен* новый подход к изготовлению объёмных функционально-градиентных композиционных материалов SiC/TiC с заданным градиентом по глубине при золь-гель синтезе в объёме порового пространства SiC-каркасов высокодисперсной TiC-матрицы.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что работа обеспечивалась проведением исследований с использованием широкого ряда современных взаимодополняющих физико-химических методов анализа, постановкой воспроизводимых экспериментов в контролируемых условиях, а также отсутствием противоречий с данными, полученными другими авторами.

Личный вклад соискателя – Николаева Виталия Александровича состоял в участии в общей постановке задачи (в соответствии с развиваемым направлением), а также на всех экспериментальных и теоритических этапах исследования, разработки и реализации экспериментальных методик синтеза исследуемых диоксида и карбида титана (некоторые эксперименты проведены совместно с коллегами, чья роль отмечена в диссертации и автореферате), в обобщении, анализе и интерпретации полученных результатов, а также подготовке их к публикации в рецензируемых изданиях и представлению на российских и международных конференциях.

Таким образом, *диссертация Николаева Виталия Александровича является научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача неорганической химии – разработаны и реализованы новые золь-гель подходы для получения нанокристаллического диоксида и карбида титана с заданной дисперсностью и микроморфологией, зависящими от состава координационной сферы титана в алкоксоацетилацетонатах и их реакционной способности при варьировании условий гидролиза и гелеобразования.*

Диссертационная работа Николаева Виталия Александровича полностью соответствует паспорту специальности 02.00.01- неорганическая химия по формуле



и областям исследований, а также критериям, установленным пп. 9 – 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842, а ее автор является высококвалифицированным специалистом и заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия.

На заседании от «13» июня 2018 г. диссертационный совет принял решение присудить Николаеву Виталию Александровичу учёную степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **21** человек, из них **14** докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из **25** человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту - **нет** человек, проголосовали: за **21**, против **нет**, недействительных бюллетеней - **нет** (протокол заседания счетной комиссии №10 от 13.06.2018).

Председатель диссертационного совета,  
академик



Кузнецов Николай Тимофеевич

Ученый секретарь диссертационного совета,  
кандидат химических наук



Быков Александр Юрьевич



13.06.2018