

ОТЗЫВ

официального оппонента о диссертации

Крутиковой Ирины Владимировны

на тему: «Получение и исследование свойств агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков (Eu³⁺, Nd³⁺):Y₂O₃ И Al₂O₃ изготовленных методом лазерного испарения материала», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.04 – Физическая химия.

В последнее время проводятся многочисленные работы по исследованию и разработке новых высокоплотных керамических материалов, созданных на основе чистых наноразмерных оксидов металлов. Выбранные автором, в качестве объекта исследования, порошки сегодня широко используются для получения особого класса керамических материалов – прозрачной керамики, сочетающего плотность, близкую к теоретической, высокую прозрачность в видимой и ИК областях спектра, высокую прочность и чистоту поверхности.

Использование испарения материала под действием лазерного излучения, с последующей конденсацией является современным методом получения нанопорошков, позволяющим получать высокочистые нанопорошки различного состава с узким распределением частиц по размеру.

Не менее важным фактором получения плотных и достаточно прочных полуфабрикатов прозрачных керамик методом литья является агрегативная устойчивость высококонцентрированных водных шликеров.

В этой связи, **актуальность** данной диссертационной работы, посвященной разработке способа получения агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий с низкой вязкостью оксидов иттрия и алюминия, полученных методом лазерного испарения мишени, не вызывает сомнений.

Структура диссертации носит традиционный характер. Работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы и списка сокращений. Объем работы составляет 131 стр., включая 38 рисунков, 11 таблиц, 24 формулы, 13 схем.

Во введении обосновывается выбор объектов исследования, перспективы лазерного метода получения наночастиц, а также необходимость получения

агрегативно устойчивых водных суспензий оксидных нанопорошков. Кроме того, во введении представлены цель и задачи исследования, показаны научная новизна, практическая значимость работы и приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен обзор литературы, отражающий аспекты компактирования керамических материалов, учитывающий основные требования к прекурсорах для синтеза керамических материалов методом шликерного литья, а также рассмотрены проблемы агрегативной устойчивости и способы стабилизации нанопорошковых водных дисперсий.

Во второй главе приводятся физико-химические характеристики исходных материалов, дисперсантов, используемых в работе. Представлены методики приготовления водных дисперсий нанопорошков оксидов иттрия и алюминия для различных целей, экспериментальные физико-химические методы исследования.

В третьей главе приводится подробное описание исследования свойств порошков оксидов иттрия и алюминия полученных методом лазерного синтеза. В работе использованы современные методы анализа структуры и свойств наноматериалов, позволяющие получить достаточно полное представление о синтезированных порошках. Значительное внимание автором уделено поверхностным примесям адсорбирующимся на порошках и способам их устранения.

В четвертой главе рассматривается получение и стабилизация водных дисперсий порошков $(\text{Eu}^{3+}, \text{Nd}^{3+})\text{:Y}_2\text{O}_3$ и Al_2O_3 с помощью различных дисперсантов. Показана связь стабилизирующего действия дисперсантов и pH среды, получены высококонцентрированные (до 60% масс.) стабилизированные водные суспензии нанопорошков.

В пятой главе представлены способы предварительного синтеза наноразмерных прекурсоров иттрий-алюминиевого граната из производных иттрия и алюминия. Показано, что лучшим способом получения слабо агломерированного прекурсора с высокой удельной площадью поверхности, является обжиг стехиометрической смеси нанопорошка оксида алюминия и ацетилацетоната иттрия.

Научная новизна представленной работы заключается в том, что автором установлено: на поверхности чистого и допированного редкоземельными элементами $(\text{Eu}^{3+}, \text{Nd}^{3+})$ нанопорошка оксида иттрия, полученного методом лазерного испарения, помимо адсорбированной воды и углекислого газа и нитратов присутствуют CO_3^{2-} группы, а на поверхности нанопорошка оксида алюминия - NO_3^- и NO_2^- группы.

Установлено, что водные дисперсии нанопорошков $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ и Al_2O_3 , полученных методом лазерного синтеза, эффективно стабилизируются с помощью дисперсанта «Dolarix SE64». Оптимальным количеством дисперсанта является 1 мг на 1 м^2 нанопорошка, при этом, стабилизация дисперсий нанопорошков оксида алюминия достигается при $\text{pH} < 3.5$ и $\text{pH} > 8$, а дисперсий нанопорошков оксида иттрия – при $\text{pH} > 7.5$.

Практическая значимость работы состоит в том, что полученные с помощью лазерного синтеза нанопорошки на основе чистого и допированного редкоземельными элементами (Eu^{3+} , Nd^{3+}) оксида иттрия, эффективно стабилизируются в виде высококонцентрированных водных суспензий, что является хорошим заделом для получения высокоплотных керамических материалов и прозрачной керамики методами шликерного литья.

Новизна и практическая значимость работы подтверждаются патентом РФ заявка № 2016115415, приоритет 20.04.2016. «Способ повышения эффективности процесса получения нанопорошков неметаллов с помощью испарения вещества излучением лазера, Иванов М.Г., Калинина Е.Г., Крутикова И.В.»

Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений, так как результаты, включенные в диссертационную работу, получены на основании исследований, проведенных на высоком научном и техническом уровне, с применением современных методов исследования, что позволяет создать объективную картину поведения разнообразных исходных компонентов при синтезе из них прекурсоров и последующем получении стабильных водных суспензий.

В ходе рассмотрения диссертации и автореферата Крутиковой И. В. возникли следующие **замечания**:

к сожалению после представленного в главе 1 обзора литературы отсутствуют выводы, и автор сразу переходит к постановке задачи исследования;

на странице 48 раздел 2.3.4 несколько затянут, так как, по моему мнению, ДСК-ТГ анализ, даже совмещенный со спектроскопией, сейчас довольно распространен и вполне было бы достаточно названия метода, марки прибора и характеристик съемки;

на мой взгляд, недостаточно данных о размере частиц порошка после прокаливания, присутствуют только данные по удельной поверхности, в то же время температуры очистки порошков от оксидов углерода и азота достаточно велики, что не может не сказаться на размере очищенных нанопорошков;

хотелось бы видеть, насколько хорошо проявляют себя стабилизированные высококонцентрированные водные суспензии с течением длительного времени (день-неделя).

Стоит подчеркнуть, что сделанные замечания не затрагивают основных защищаемых положений и не снижают научной и практической значимости диссертационной работы Крутиковой И. В.

Общая характеристика работы и соответствие паспорту специальности

Диссертационная работа Крутиковой Ирины Владимировны на тему: «Получение и исследование свойств агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков $(Eu^{3+}, Nd^{3+}):Y_2O_3$ И Al_2O_3 изготовленных методом лазерного испарения материала» представляет собой научно-квалификационную работу, содержащую научно-обоснованное техническое решение, имеющее ряд новых результатов и практическую значимость, внедрение которого вносит значительный вклад в дальнейшее развитие получения нанопорошков методом лазерного испарения. А решение задачи стабилизации водных дисперсий данных порошков представляет глубокий интерес для получения высокоплотной и прозрачной керамики методами литья.

Основное содержание диссертации изложено в 18 публикациях, отражающих содержание работы (в том числе 7 статей в научных журналах, входящих в перечень научных изданий, рекомендуемых ВАК РФ, патент РФ, 11 тезисов докладов на Международных и Российских конференциях).

Автореферат полностью соответствует структуре и содержанию диссертации.

Диссертационная работа Крутиковой Ирины Владимировны на тему: «Получение и исследование свойств агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков $(Eu^{3+}, Nd^{3+}):Y_2O_3$ И Al_2O_3 изготовленных методом лазерного испарения материала» соответствует паспорту специальности 02.00.04 – Физическая химия.

Таким образом, на основании вышеизложенного, считаю, что диссертационная работа Крутиковой Ирины Владимировны на тему: «Получение и исследование свойств агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков $(Eu^{3+}, Nd^{3+}):Y_2O_3$ И Al_2O_3

изготовленных методом лазерного испарения материала» соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 года), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Крутикова Ирина Владимировна заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.04 – Физическая химия.

Официальный оппонент, Файков Павел Петрович
доцент кафедры химии и технологии кристаллов
Российского химико-технологического
университета имени Д.И. Менделеева
кандидат технических наук,

125047, Москва, Миусская пл.,9,
Телефон (916) 113-95-86
Электронная почта: faikov_p@inbox.ru

(подпись)

Файков П. П.

Дата 10 Марта 2014 Гербовая печать

