

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

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

Диссертационное исследование Крутиковой И.В. направлено на решение проблемы получения агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков оксидов иттрия и алюминия, полученных методом лазерного испарения мишени. Объекты исследования диссертационной работы - нанопорошки оксидов иттрия и алюминия и иттрий-алюминиевого граната являются исходными материалами для изготовления оптических керамик, которые обладают высоким светопропусканием в видимой и ИК-области спектра, высокой термо- и химической стойкостью и используются для изготовления активной среды для твердотельных лазеров, а также люминофоров и сцинтилляторов. Одной из проблем нанопорошковой технологии является оптимизация методов получения и компактирования порошков. Совершенствование этих стадий технологического процесса необходимо для повышения качества и уменьшения стоимости керамических материалов. Несмотря на то, что метод испарения материала под действием лазерного излучения и последующей конденсации паров позволяет получать слабо агрегированные сферические частицы со средним размером 10÷15 нм и узким диапазоном дисперсии, компактирование данных частиц весьма затруднительно. Агломерация нанопорошков, обусловленная высокой составляющей поверхностной энергии, приводит к формированию неоднородностей плотности внутри компакта и, при последующем спекании, пор внутри керамики. Среди известных методов компактирования нанопорошков одним из наиболее перспективных является метод шликерного

литья дисперсий нанопорошков. Технология шликерного литья требует необходимых знаний об основных характеристиках нанопорошка как дисперсной фазы (распределение наночастиц по размерам, наличие активизирующих и загрязняющих примесей), а также о реологических свойствах и устойчивости дисперсий. В связи с этим диссертационная работа Крутиковой И.В., посвященная разработке способов получения агрегативно устойчивых низковязких концентрированных водных дисперсий нанопорошков оксидов иттрия и алюминия, полученных методом лазерного испарения мишени, является **актуальной** и своевременной.

Диссертационная работа изложена на 131 странице, состоит из введения, пяти глав, заключения и списка использованной литературы из 157 наименований. Автореферат соответствует содержанию диссертации. Диссертация является законченным исследованием, в ней сформулирована цель работы, обоснованы постановка задач, выбор методов исследования, изложены полученные результаты, сформулированы положения, выносимые на защиту, проведено сопоставление полученных экспериментальных результатов с литературными данными.

Во введении обоснована актуальность, научная и практическая ценность работы, сформулированы цель и задачи работы, изложены выносимые на защиту положения, а также приведены сведения об апробации работы, структуре и объеме диссертации.

В Главе 1 изложено современное состояние проблемы компактирования керамических материалов. Проанализированы основные требования к исходным порошкам для синтеза керамических материалов методом шликерного литья. Рассмотрены факторы агрегативной устойчивости, а также способы стабилизации нанопорошковых водных дисперсий для шликерного литья керамических материалов. Литературный обзор адекватно отражает существующий уровень исследований, что позволило автору четко обозначить современное состояние проблемы и сформулировать цель и задачи диссертационного исследования.

В Главе 2 дана характеристика использованных в работе исходных материалов и дисперсантов. Приведены методики изготовления водных дисперсий нанопорошков оксидов иттрия и алюминия, а также использованные экспериментальные методы исследований нанопорошков и их водных суспензий. Кратко описана методика получения нанопорошков методом лазерного испарения.

В Главе 3 приведены результаты исследования свойств нанопорошков Al_2O_3 и Y_2O_3 , допированного ионами редкоземельных металлов (Nd^{3+} , Eu^{3+}), полученных методом лазерного испарения материала под действием иттербиевого волоконного лазера.

В Главе 4 рассматривается стабилизация водных дисперсий нанопорошков $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ и $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ с применением коммерческих анионных дисперсантов: «Dolapix CE64», «Darvan C-N», «Disprex A40» и цитрата натрия. Основываясь на измерениях величины ζ -потенциала, позволяющих провести оценку стабильности дисперсной фазы, выбраны оптимальные дисперсанты, их концентрации и уровни pH дисперсий. Проведены измерения вязкости концентрированных водных дисперсий наноразмерных порошков $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$, Al_2O_3 и смеси $\text{Y}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3$ в стехиометрии иттрий-алюминиевого граната (3:5).

В Главе 5 приведены результаты экспериментов по синтезу наноразмерных прекурсоров в стехиометрии иттрий-алюминиевого граната. При этом один из компонентов исходного материала представлял собой нанопорошок оксида металла, а другой – органическое производное металла или его золь. Основное внимание в работе уделялось изучению морфологии полученного прекурсора, для того, чтобы установить какой из рассмотренных составов позволяет получить наименее агломерированные наночастицы с максимальной площадью поверхности для получения прозрачной керамики иттрий-алюминиевого граната.

В заключении представлены основные результаты и выводы диссертационной работы.

В целом, рецензируемая диссертация структурирована, информативна, и выполнена в объеме, необходимом для кандидатской диссертации. Цели и задачи диссертационной работы сформулированы четко, сделанные выводы логически вытекают из полученных результатов. Диссертант принимал активное участие в выполнении экспериментальной работы, в том числе, подготовке дисперсий нанопорошков, измерении электрокинетического потенциала водных дисперсий, измерении вязкости дисперсий, проведении спектрофотометрических измерений, регистрации спектров инфракрасной спектроскопии, а также, обработке и интерпретации полученных результатов.

Достоверность полученных результатов исследования и их научная обоснованность определяются использованием современных поверенных средств измерений и аттестованных методик. Результаты не противоречат теоретическим представлениям, и согласуются с результатами, полученными другими исследователями. Они многократно докладывались и обсуждались на Всероссийских и международных конференциях и опубликованы в 18-ти печатных работах, в том числе в семи статьях в журналах из списка ВАК, две из которых опубликованы в журналах, индексируемых Scopus и Web of Science.

В то же время диссертационная работа содержит некоторые недостатки:

1. Представляется неверным использование термина «Лазерное испарение материала» вместо принятого в настоящее время термина «Импульсная лазерная абляция».

2. На трех страницах (стр.50-52) неоправданно подробно описан метод динамического рассеяния света, использованный для определения размеров частиц, который не позволяет измерять реальные размеры. Вместе с тем описанию ключевого метода «получения нанопорошков оксидов металлов методом лазерного испарения» уделено всего две страницы. При этом не нашлось места для описания «способа повышения эффективности процесса получения неметаллических нанопорошков с помощью испарения вещества излучением лазера», на который принята к рассмотрению заявка на получение патента.

3. Представляется неоправданным то, что разделы Научная новизна работы и Положения, выносимые на защиту, практически полностью совпадают.

4. В диссертации и автореферате имеется ряд ошибок и опечаток.

а) В диссертации и автореферате указано, что производителем лазера является ИРЭ «Плюс».

б) На Рис. 3.1, 3.2 и 3.3 в диссертации и рис.1 в автореферате неправильно подписаны оси.

в) В диссертации в подписи к рис 3.6 ошибочно указано, что приведена «Зависимость температуры прокаливания нанопорошка $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ от удельной поверхности».

г) Ошибочная подпись к Рис. 2.3 «Схема экспериментальной установки для лазерного испарения нанопорошков».

д) Используются термины из лабораторного жаргона: стр. 44 - «срабатывание», «автограф излучения».

е) Среди опечаток можно отметить слово из 64 букв на стр. 21.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным «Положением о порядке присуждения ученых степеней».

Вышеуказанные замечания не снижают высокой оценки научной и практической ценности работы. Результаты диссертационного исследования не вызывают сомнений. Диссертация Крутиковой И.В. является законченной научно-квалификационной работой, которая направлена на решение актуальной проблемы, а именно, получение агрегативно устойчивых концентрированных водных дисперсий нанопорошков оксидов иттрия и алюминия, полученных методом импульсной лазерной абляции. Положения и выводы диссертационной работы достаточно обоснованы. Автореферат правильно отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа Крутиковой И.В. отвечает всем требованиям, сформулированным в п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской

Федерации от 24.09.2013 г. №842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.04 – Физическая химия.

10.03.2017

Официальный оппонент
доктор физико-математических наук, профессор,
Главный научный сотрудник
отдела оптоэлектроники и полупроводниковой техники
НИИ Физики и прикладной математики,
профессор кафедры физики конденсированного
состояния и наноразмерных систем,
директор УЦКП «Современные нанотехнологии»
Института естественных наук и математики
ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,

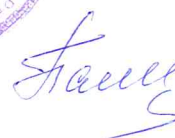
Почтовый адрес: 620083, Екатеринбург, ул. Куйбышева 48.

Рабочий телефон: +7 (343) 261 74 36

E-mail: vladimir.shur@urfu.ru

/  / Шур Владимир Яковлевич
(подпись) (расшифровка подписи)

Подпись В.Я. Шура заверяю
Ученый секретарь
Института естественных наук и математики
Уральского федерального университета



Л.А. Памятных