

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.04 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Института
металлургии и материаловедения им. А.А. Российской академии наук»
ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА
ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 26 мая 2016 года № 3-2016

О присуждении ХРУЩЁВОЙ АНАСТАСИИ АЛЕКСАНДРОВНЕ,
гражданке РФ, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Золь-гель синтез композитных наночастиц на основе оксидов алюминия, церия и циркония» по специальности 02.00.01 – Неорганическая химия принята к защите 22 марта 2016 года, протокол № 2-2016, диссертационным советом Д 002.060.04 на базе ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук», 119334, ГСП-1, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ №714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель, Хрущёва Анастасия Александровна, 1988 года рождения, в 2010 году окончила Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева». С 2011 года по 2015 год обучалась в аспирантуре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия». С 2010 года по 2011 год работала в должности инженера исследователя, с 2011 года по март 2016 года работала в должности младшего научного сотрудника лаборатории функциональной керамики ИМЕТ РАН. С марта 2016 года по настоящее время работает в должности химика-технолога в компании ООО Руссо-Хеми.

Диссертация выполнена в лаборатории функциональной керамики ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук».

Научный руководитель - кандидат химических наук Трусова Елена Алексеевна, ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук», лаборатория функциональной керамики, старший научный сотрудник ИМЕТ РАН.

Официальные оппоненты:

1) Шляхтин Олег Александрович, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник кафедры неорганической химии химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова

2) Яровая Оксана Викторовна, кандидат химических наук, доцент кафедры коллоидной химии ФГБОУ «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»,
дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет дружбы народов» г. Москва, в своем положительном заключении, составленном доцентом кафедры неорганической химии ФГАОУ РУДН, кандидатом химических наук Сафроненко Мариной Геннадьевной, заведующим кафедрой неорганической химии ФГАОУ РУДН, доктором химических наук Хрустальевым Виктором Николаевичем и профессором, заведующим кафедрой физической и коллоидной химии ФГАОУ РУДН, доктором химических наук Серовым Юрием Михайловичем и утвержденном проректором по научной работе РУДН, Заслуженным деятелем науки РФ, доктором философских наук, профессором Кирабаевым Нуром Сериковичем, отмечает, что диссертация Хрущевой Анастасии Александровны, посвященная исследованиям закономерностей формирования наночастиц оксидов Al, Ce и Zr в условиях модифицированного золь-гель синтеза, является завершенной научно-исследовательской работой. По актуальности

тематики, объему полученного экспериментального материала и практической значимости соответствует пунктам 9,10,11,13,14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 года и соответствует паспорту специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия», а её автор, Хрущёва Анастасия Александровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия».

Ведущая организация в своем положительном заключении делает соискателю ряд замечаний следующего содержания:

1. В диссертации (раздел 2.1) не приведены методики получения исходных растворов нитратов церия и цирконила, которые необходимы для синтеза твердых растворов на основе оксида циркония (IV), в частности твердого раствора состава $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2$. Для достижения такого точного состава важны достоверные сведения о количественном составе исходных веществ, либо необходим химический анализ полученных твердых растворов. Такая информация в диссертации, к сожалению, отсутствует.
2. На рис. 65 (стр.101) представлены дифрактограммы порошков ZrO_2 , снятые с использованием разных анодов CuK_α и CoK_α . Согласно закону Вульфа-Брэгга изменение длины волны анодного излучения должно сопровождаться изменением углов отражения (2θ) на дифрактограммах. Было бы интересно узнать мнение диссертанта о причинах отсутствия этой зависимости на указанном рисунке.
3. При исследовании образцов методом дилатометрии (рис. 94, стр. 140) была выявлена усадка керамики при температуре 1000-1550°C, причину которой диссертант трактует частичным плавлением фаз, образующихся при фазовом расслоении твердого раствора. Однако, автор не объясняет, чем вызвано такое резкое снижение температур плавления тугоплавких оксидов Al_2O_3 и ZrO_2 ($T_{\text{пл.}}=2015^\circ\text{C}$, 2680°C , соответственно; «Справочник химика», т. 2,

Ленинград-Москва, Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1963).

Соискатель имеет по теме диссертации 35 опубликованных работ, 4 работы опубликованы в рецензируемых научных изданиях, которые включены в перечень ведущих рецензируемых российских и зарубежных журналов, утвержденный ВАК, получен 1 патент РФ.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Трусова Е.А., Вохминцев К.В., Хрущёва А.А., Писарев С.А. Технология ультрадисперсных продуктов для мелкозернистой керамики. // Хим. технология. 2013 – Т. 5. – С. 269–279.

Соискателем синтезированы нанопорошки CeO_2 , ZrO_2 модифицированным золь-гель методом с использованием N,N-диметилоксиламина, гексаметилентетрамина и ацетилацетона в различных мольных отношениях к металлу. Установлено влияние характера исходного производного металла и стабилизатора золя на фазовую чистоту, дисперсность и удельную поверхность оксидов металлов.

2. Trusova E.A., Khrushcheva A.A., Vokhmintcev K.V. Sol-gel synthesis and phase composition of ultrafine ceria-doped zirconia powders for functional ceramics. // J. Eur. Cer. Soc. 2012 – V. 32 - pp. 1977–1981.

Соискателем разработан способ получения и синтезирована серия наноструктурированных твердых растворов $\text{Ce}_x\text{Zr}_{1-x}\text{O}_2$ при $0 < x < 0,16$ с помощью золь-гель метода и проведена характеристика образцов с привлечением комплекса инструментальных методов.

3. Трутнев Н.С., Трусова Е.А., Хрущёва А.А., Буздалина И.А. Криотехнологии в получении ультрадисперсных порошков оксидов металлов и солей // Персп. материалы. 2011 - 13(6)- Т. 1- С. 213-217.

Соискателем проведен синтез золь-гелей оксидов церия и никеля, которые подвергали криообработке жидким азотом. Интерпретация результатов адсорбции-десорбции азота и рентгеновской дифракции проходила при непосредственном участии соискателя.

4. Trusova E.A., Khrushcheva A.A., Vokhmintcev K.V., Titov D.D. Dilatometric sintering study of fine-grained ceramics from ultradispersed admixture composed of $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2$ and $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ // J. Eur. Cer. Soc. 2013 – V. 33 - pp. 2327-2333.

Соискателем разработан и проведен синтез модифицированным золь-гель методом нанопорошков оксидов $Ce_{0,09}Zr_{0,91}O_2$ и $MgO-Al_2O_3$ (3/97 вес.%) с размером кристаллитов менее 10 нм, проведена подготовка заготовок и интерпретация результатов дилатометрии в трех различных режимах.

5. Трусова Е.А., Хрущёва А.А., Лысенков А.С., Аладьев Н.А. Горячее прессование мелкозернистой керамики из нанопорошка $Ce_{0,09}Zr_{0,91}O_2/MgAl_6O_{10}/\gamma Al_2O_3$. // Неорг. Материалы. 2016 – 52 [4] - с. 445-449
Проведен синтез композитных нанопорошков состава $Ce_{0,09}Zr_{0,91}O_2/MgAl_6O_{10}/\gamma Al_2O_3$ и комплексный анализ результатов исследования синтезированных нанопорошков физико-химическими методами.

6. Патент № RU2506228 от 10.02.2014. Трусова Е.А., Загайнов И.В., Хрущёва А.А. Способ получения мезопористого наноразмерного порошка диоксида церия.

Соискателем проводился синтез нанопорошков CeO_2 .

7. Trusova E.A., Khrushcheva A.A., Zagainov I.V., Kutsev S.V., Trutnev N.S. Cryotreatment effect on the morphology of mesoporous ceria prepared by sol-gel technique; Nanomeeting-2011 reviews and short notes. Physics, chemistry and applications of nanostructures edited by V.E. Borisenko, S.V. Gaponenko, V.S. Gurin, C.H. Kam; Science Direct; pp. 466-468.

В диссертационный совет поступило **11 отзывов** на автореферат. Все отзывы положительные, однако, имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв профессора кафедры «Наноэлектроники» ФГБОУ ВПО МГТУРЭА (МИРЭА), директора НОЦ «Технологический центр», доктора технических наук **Воротилова Александра Константиновича** содержит следующие замечания:

- Большое количество не расшифрованных аббревиатур затрудняет чтение автореферата.

- В качестве исходных соединений были выбраны нитраты и хлориды. Алкооксиды металлов имеют ряд преимуществ при формировании оксидных фаз, особенно в случае многокомпонентных оксидов. В этой связи, хотелось

бы видеть сравнение материалов, полученных из солей, с классическими прекурсорами золь-гель технологии.

- На мой взгляд, из Рис. 3 не следует, что криообработка золь диоксида церия ведет к уменьшению размеров кристаллитов.

2. Отзыв первого заместителя генерального директора ОАО «Композит», доктора технических наук **Тимофеева Анатолия Николаевича** и начальника лаборатории разработки и внедрения конструкционной керамики ОАО «Композит», кандидата технических наук Санниковой Светланы Николаевны содержит следующие замечания:

- В автореферате следовало бы привести кривые ДТА гелей синтезируемых материалов.

- Опыты по спеканию порошков композита следует считать предварительными, так как для оценки возможности применения этой керамики необходимо определить такие свойства как прочность, твердость, трещиностойкость. Это же относится к порошкам других синтезируемых материалов.

- Не указаны размеры и конфигурация спекаемых образцов.

- Фотография скола образца керамики на Рис. 9 не отражает определенную плотность в 98,9 %. Кроме этого, показан микропрофиль слишком небольшого участка.

3. Отзыв старшего научного сотрудника лаборатории Нано-биоинженерии НИЯУ МИФИ, кандидата химических наук **Самохвалова Павла Сергеевича** содержит следующие замечания:

- В описании актуальности автор указывает на проведенное «моделирование на молекулярном уровне структуры будущих частиц на стадии формирования коллоидов», однако из дальнейшего текста понятно, что в данном случае лишь предложены химические схемы превращений, в то время как моделирование предполагает проведение более тонких и подробных исследований с привлечением, например, термодинамических и квантовохимических расчетов, и последующее создание математической

модели. Отметим, что в выводах приводится более правильная формулировка «Предложены предполагаемые схемы химических превращений в процессе формирования наночастиц оксидов...».

- В автореферате большое внимание уделяется «композитным нанопорошкам $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ », однако в тексте не приводится более конкретное описание и схема строения (морфологии) данного объекта. Отсюда не ясно, с каким именно объектом работал автор: нанокристаллы ядро/оболочка, носитель/загрузка и произвольная смесь химически связанных кристаллитов отдельных фаз, в то время как от разных типов объектов можно ожидать различия в физико-химических и механических свойствах.

- На странице 6 в таблице 1 указаны весовые соотношения в фазовом составе нанопорошков Al_2O_3 согласно результатам РФА, однако, на мой взгляд, приведенные данные некорректны без указания точности определения фазового состава (приведенная в таблице разница составила максимум в 1 %, что при общем виде приведенных рентгенограмм вызывает сомнения). В данном случае более правильно просто уточнить, что при изменении условий синтеза в рентгенограммах начинают появляться специфичные рефлексы фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

- В тексте автореферата не расшифрованы некоторые сокращения (ТОТЭ на стр.1, $D_{\text{окр}}$ на стр.7).

- На стр.8 приведены ПЭМ изображения нанопорошков CeO_2 и данные по определению диаметров наночастиц из этих снимков. На мой взгляд, качество приведенных снимков. На мой взгляд, качество приведенных снимков (степень увеличения и контрастность) не позволяют однозначно судить о корректности приведенных в тексте размеров наночастиц.

- На стр. 9 говорится, что «Для получения композитного нанопорошка $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$, соответствующего европейскому стандарту ISO 6474-2, был разработан метод...», однако из текста автореферата не ясно, было ли подтверждено соответствие стандарту.

4. Отзыв заведующего кафедрой химии ФГБУ высшего образования «Военно-медицинская академия имени С.М. Кирова» Министерства обороны РФ, доктора химических наук **Химича Николая Николаевича** содержит следующие замечания:

- Каков механизм стабилизации зольей при использовании указанных азот-содержащих соединений?

- Моноэтаноламин - слабое основание, диметилоктиламин - основание средней силы, обладающее выраженными свойствами ПАВ, а тетраметиламмоний гидроксид - очень сильное основание, сравнимое по силе с гидроксидов калия. Что между ними общего?

- Определение из данных РФА фазового состава с точностью до 1 % и даже большей и размеров частиц с точностью до одного нм (Табл. 1 и 2) вряд ли возможно.

- Что означают широкие и интенсивные полосы в области 3200-3800 см⁻¹ в ИК спектре на рис. 7? Ведь если образцы прокалены до 900°C и стали кристаллическими откуда там вода?

5. Отзыв заведующей лаборатории неорганического синтеза ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. Г.Ю. Гребенщикова РАН, доктора химических наук **Шиловой Ольги Алексеевны** содержит следующие замечания:

- Из описания на стр. 9 автореферата совершенно не понятно, как формировался композитный порошок $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$, и почему технология его формирования позволяет ему соответствовать европейскому стандарту ISO 6474-2? Не понятно, как твердый раствор $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2$ был нанесен на наночастицы оксида алюминия? И как формировалась “Mg-содержащая поверхностная фаза”?

- Из автореферата не понятно, на чем основывается диссертант, когда приводит формулы промежуточных соединений (интермедиатов), которые образуются в результате взаимодействия солей металлов с органическими добавками и водой?

- Один из прекурсоров для получения порошка оксида циркония не хлорид, как написано на стр. 8, а оксихлорид $ZrOCl_2$, если верить надписи на рис. 4.

- Массовые проценты диссертант везде обозначает весовыми, как принято не в отечественной, а в зарубежной научной литературе.

- Не везде могу согласиться с некоторыми терминами, которые употребляет автор диссертации. Неудачным считаю склонность диссертанта называть прекурсоры оксидов (соли металлов) – источниками металлов, поскольку металлы ни на одной из стадий технологического процесса не образуются. Точно также не совсем правильно, с моей точки зрения, называть низкомолекулярные азотсодержащие органические соединения стабилизаторами золь, поскольку они стабилизируют не золь, а лишь способствуют уменьшению размера сформированных наночастиц оксидов.

6. Отзыв профессора кафедры коллоидной химии РХТУ им. Д.И. Менделеева, доктора химических наук **Шабановой Надежды Антоновны** содержит следующие замечания:

- Не ясно, почему использованные органические соединения (амины) названы золеобразователями.

- Использованные при синтезе амины проявляют свойства сильных оснований, влияющих на рН водной фазы и, следовательно, на структуру оксо-гидроксикомплексов солей металлов. Однако эти вопросы не обсуждаются, величины рН в автореферате не приведены.

7. Отзыв главного эксперта АО «ВНИИИМ» имени А.А. Бочвара при государственной корпорации по атомной энергии «РОСАТОМ», кандидата химических наук **Семенова Александра Александровича** содержит следующее замечание:

- При постановке эксперимента не вполне обоснован выбор в качестве стабилизатора такого дорогостоящего реагента как гидроксид тетраэтиламмония, который, кстати, при получении нанопорошков показал наихудшие результаты. Вместо него вполне можно было опробовать в

качестве стабилизаторов более дешевые реагенты, в частности, другие соединения из класса аминов.

8. Отзыв старшего научного сотрудника лаборатории нелинейной динамики ФГБУН Института электрофизики УрО РАН, доктора физико-математических наук **Болтачева Грзя Шамильевича** содержит следующие замечания:

- Какова производительность методов получения нанопорошков и перспектива их использования в промышленных масштабах?

- На стр. 13 автореферата не совсем корректно, на мой взгляд, утверждается что «Установлено, что использование ингибитора роста зерна MgO позволяет снизить температуру спекания с 1700°C [1] до 1400-1550°C, а добавка шпинели $MgAl_6O_{10}$ с размерами частиц <10 нм ускоряет спекание керамики». Правильнее было бы написать, что добавка наноразмерной шпинели ускоряет и понижает температуру спекания (именно кривизна поверхности наночастиц является движущей силой при массопереносе в процессе термообработки), при этом MgO сдерживает рост зерен на уровне <3 мкм.

9. Отзыв заместителя заведующего кафедрой физической химии Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» имени В.И. Ульянова (Ленина), доцента, кандидата химических наук **Альмяшевой Оксаны Владимировны** содержит следующие замечания:

- На странице 7 автореферата, Автор отмечает, что в зависимости от источника циркония и используемого стабилизатора соотношение тетрагональной и моноклинной модификаций диоксида циркония варьировалось в широких пределах. Однако никакого комментария о том, чем обусловлено существование тетрагональной модификации ZrO_2 в условиях не характерных для ее равновесного существования Автором не приводится.

•Также из текста автореферата не понятно, чем обусловлено появление орторомбической модификации ZrO_2 , равновесное существование которой возможно только в условиях высоких давлений.

10. Отзыв заведующего кафедрой «Машины и аппараты химических производств» МАМИ, профессора, доктора технических наук **Генералова Михаила Борисовича** содержит следующие замечания:

•Слабо освещена практическая значимость полученных результатов и разработанных порошков, состоящих из композитных наночастиц, в реальности спектр их применения гораздо шире, чем описано в автореферате

•Недостаточно внимания уделено криохимическому способу получения наночастиц оксидов, интересно было бы развить этот подход и к композитным наночастицам, это является актуальной проблемой для современной отечественной технологии производства исходных керамических и композиционных материалов для деталей современных машин и станков.

11. Отзыв член-корреспондента НАН Беларуси, профессора кафедры «Электронная техника и технология» УО «Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники», доктора технических наук **Гурского Леонида Ильича** содержит следующее замечание:

•В качестве замечания можно отметить, что в автореферате автор недостаточно отразила практическое значение полученных ею результатов.

Выбор ведущей организации и официальных оппонентов обосновывается тем, что Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет дружбы народов» занимается научно-исследовательскими работами во многих отраслях материаловедения, в том числе коллоидных и наноразмерных материалов. Официальный оппонент Шляхтин Олег Александрович является специалистом высокой квалификации в области коллоидных систем, а также синтеза и структурных исследований наноматериалов, что подтверждается

большим списком публикаций в отечественных и высокорейтинговых международных изданиях. Официальный оппонент Яровая Оксана Викторовна специализируется на научных исследованиях в области синтеза и исследования свойств наноструктур и каталитических материалов на их основе. Высокая научная квалификация и авторитет официальных оппонентов и ведущей организации позволяет им объективно оценить научную и практическую значимость представленной в диссертационный совет работы.

В дискуссии по диссертационной работе приняли участие

доктор химических наук Казин Павел Евгеньевич (профессор, старший научный сотрудник кафедры неорганического материаловедения Московского Государственного Университета имени М.И. Ломоносова), доктор химических наук Беляков Алексей Васильевич (заведующий кафедрой химической технологии керамики и огнеупоров, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»), доктор химических наук Каргин Юрий Федорович (заведующий лабораторией физико-химического анализа керамических материалов (№ 33), Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), кандидат геолого-минералогических наук Ивичева Светлана Николаевна (старший научный сотрудник лаборатории физико-химического анализа керамических материалов (№ 33), Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), доктор химических наук Киселева Надежда Николаевна (заведующая лабораторией полупроводниковых материалов (№11), Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук), доктор химических наук Сахаров Сергей Георгиевич (ведущий научный сотрудник

сектора химии обменных кластеров, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова РАН), академик РАН, доктор химических наук Солнцев Константин Александрович (директор Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, заведующий лабораторией новых технологий керамики (№ 27), Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук)

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **Разработан** золь-гель синтез порошков оксидов Al, Ce и Zr, состоящих из наночастиц с размерами ≤ 10 нм, а также твердых растворов $Ce_xZr_{1-x}O_2$ ($0,03 \leq x \leq 0,16$), с размерами частиц ≤ 20 нм, заключающийся в том, что формирование олигомерного прекурсора происходит *in situ* из низкомолекулярных N-содержащих органических соединений.
- **Установлено,** что при величине мольного отношения в реакционной смеси МЭА/Al=1 и ТЭАГ/(Ce+Zr)=1 синтезированные наночастицы Al_2O_3 и $Ce_{0,09}Zr_{0,91}O_2$, соответственно, имеют средний размер 15 нм и узкое распределение ($\Delta \approx 60$ и 70%, соответственно, при $d = 5-20$ нм).
- **Предложен** способ получения композитных наночастиц с размерами ≤ 15 нм состава $Ce_{0,09}Zr_{0,91}O_2/MgAl_6O_{10}/\gamma Al_2O_3$ путем последовательного нанесения компонентов из золь-гелей на γAl_2O_3 . Такой дизайн наночастиц на атомно-молекулярном уровне может быть положен в основу способа получения химически однородных нанопорошков, предназначенных для спекания мелкозернистой керамики.
- **Предложены** предполагаемые схемы химических превращений в процессе формирования наночастиц оксидов Ce, Zr и Al и композитных наночастиц на их основе в условиях золь-гель синтеза с участием МЭА.

- **Установлено**, что использование разработанного композитного нанопорошка $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ обеспечивает получение горячим прессованием мелкозернистой керамики с плотностью на 20 отн.% выше, чем у керамики, полученной в тех же условиях из механической смеси того же химического и фазового состава.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что: полученные результаты расширяют знания о закономерностях формирования наноструктур в условиях модифицированного золь-гель синтеза.

Применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих научной новизной результатов)

- установлено, что использование в качестве стабилизаторов зольей МЭА, ТЭАГ и ДМОА позволяет получать нанопорошки оксидов Al, Ce и Zr с размерами кристаллитов ≤ 18 нм;
- установлено, что оптимальным для получения наночастиц $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ и $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2$ с размерами менее 10 нм является мольное отношение в реакционной смеси МЭА/ $\sum\text{Me}$ (Me – металл), равное 2;
- установлено, что криообработка Ce-содержащего золя приводит к повышению дисперсности порошка CeO_2 в 3,5-4,0 раза;
- разработан и теоретически обоснован способ получения композитных наночастиц $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$, которые синтезированы впервые; доказано наличие химических связей между всеми тремя фазами в их составе;
- установлено, что использование разработанного композитного нанопорошка $\text{Ce}_{0,09}\text{Zr}_{0,91}\text{O}_2/\text{MgAl}_6\text{O}_{10}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ позволяет получить горячим прессованием мелкозернистую керамику с плотностью на 20% выше, чем у керамики, изготовленной в тех же условиях из механической смеси того же химического и фазового состава.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики заключается в том, что разработанный золь-гель метод синтеза

наночастиц оксидов Al, Ce, Zr и композитных наночастиц на их основе может быть использован в качестве основы экономичной технологии производства нанопорошков для мелкозернистой керамики широкого спектра назначения. Все полученные результаты являются оригинальными, открывают новые возможности для создания и внедрения инновационных технологий производства материалов с заданными свойствами.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Совпадение результатов большого объема экспериментальных данных, полученных с использованием комплекса современного оборудования, указывает на достоверность полученных данных и позволяет считать обоснованными заключения, сделанные на их основе.

Личный вклад автора:

все вошедшие в диссертационную работу результаты получены лично автором либо при его непосредственном участии, интерпретация основных научных результатов осуществлялась совместно с соавторами публикаций; результаты диссертационной работы были доложены и обсуждались на 28 российских и международных конференциях, из них 13 устных сообщений сделаны диссертантом лично.

Диссертационный совет констатирует, что диссертация Хрущёвой А.А. является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена задача синтеза композитных наночастиц из химически связанных фаз оксидов алюминия, церия и циркония золь-гель методом с использованием низкомолекулярных азотсодержащих стабилизаторов (моноэтаноламин, N,N-диметилоктиламин, тетраэтиламмоний гидроксид).

На заседании 26 мая 2016 г. Диссертационный совет Д 002.060.04 пришел к выводу о том, что представленная работа соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор – Хрущева Анастасия Александровна, заслуживает присуждения ей

ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 9 докторов наук по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия», участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 16, против – 1, недействительных бюллетеней – 1 .

Председатель диссертационного совета

Д 002.060.04, д.х.н., академик РАН

К.А. Солнцев

Ученый секретарь диссертационного совета

Д 002.060.04, к.г.-м.н.

С.Н. Ивичева

Дата 27 мая 2016 года