

«УТВЕРЖДАЮ»

И. о. директора Института химии

Коми ИЦ УрО РАН

Д.х.н., с.н.с. Ю.И. Рябков

« 23 » мая 2016 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт химии Коми научного центра Уральского отделения РАН

Диссертация «Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III)» выполнена в лаборатории ультрадисперсных систем ФГБУН Институт химии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук.

В период подготовки диссертации соискатель Михайлов Василий Игоревич работал в ФГБУН Институт химии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук в должности младшего научного сотрудника, с 2012 г. по настоящее время является аспирантом очной формы обучения.

В 2012 г. Михайлов В.И. окончил с отличием ФГОУ ВПО «Сыктывкарский государственный университет» (Институт естественных наук, кафедра химии) с присуждением квалификации – Химик по специальности «Химия».

Справки о сдаче кандидатских экзаменов выданы Коми научным центром Уральского отделения Российской академии наук (№10/А от 10.06.2016) и Институтом химии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук (№2/А от 20.06.2016).

Научный руководитель – кандидат химических наук, доцент Кривошапкин Павел Васильевич, работает в ФГБУН Институт химии Коми научного центра УрО РАН в должности заведующего лабораторией ультрадисперсных систем.

По результатам рассмотрения диссертации «Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III)» принято следующее заключение.

Диссертационная работа Михайлова В.И. на тему «Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов

алюминия и железа (III)» выполнена в соответствии с тематикой исследований, включенных в планы ФГБУН Институт химии Коми НЦ УрО РАН по теме «Физико-химические основы технологии керамических и композиционных материалов, включая наноматериалы, на основе синтетического и природного сырья» (№ Гос. Рег. 01201260994). Работа поддержана грантами РФФИ № 12-03-31272 мол_а (исполнитель), № 13-03-90732 мол_рф_нр (руководитель), № 14-33-50702 мол_рф_нр (исполнитель), № 16-33-00066 мол_а (руководитель), программой У.М.Н.И.К. Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере (договор № 3597ГУ2/2014), программой инициативных проектов фундаментальных исследований, выполняемых в Учреждении Российской академии наук Уральском отделении РАН № 12-У-3-1014 (исполнитель), программой фундаментальных исследований, выполняемых совместно с организациями СО и ДВО РАН, государственных академий наук России, национальных академий наук стран СНГ и отраслевых академий и финансируемых из средств Уральского отделения РАН № 12-С-3-1019 (исполнитель), а также грантами поддержки поездок аспирантов и молодых ученых УрО РАН для участия в научных конференциях (13-3-ТГ-288 и 14-3-ТГ-384).

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации

Синтез всех образцов, анализ физико-химических свойств полученных материалов, измерение размеров частиц и электрокинетического потенциала золь проводились непосредственно автором. Изучение характеристик и свойств комплексом физико-химических методов исследования, постановка эксперимента и интерпретация результатов исследований проводилась совместно с научным руководителем и соавторами.

Степень достоверности результатов проведенных исследований

Достоверность результатов обеспечена использованием современного научного оборудования и физико-химических методов анализа, известных и аттестованных методов определения содержания компонентов, непротиворечивостью экспериментально полученных результатов фундаментальным научным представлениям в данной области и воспроизводимостью данных.

Научная новизна результатов исследования

Научная новизна работы заключается в следующем:

- впервые комбинацией золь-гель и гидротермального методов получены и комплексно исследованы композиционные порошки оксидов (оксигидроксидов) алюминия и железа (III). Отмечена повышенная сорбционная емкость композиционных порошков по сравнению с чистыми оксидами. При использовании золь в качестве прекурсоров отмечена

преимущественная ориентация кристаллитов (текстура), более высокая удельная поверхность и сорбционная емкость, а также понижение температуры фазовых переходов до 30 °С по сравнению с образцами, полученными из растворов солей металлов;

- Впервые сочетанием золь-гель и темплатного методов получены и исследованы композиционные волокна на основе оксидов алюминия и железа (III). Предложен механизм, описывающий формирование волокон или трубок в нейтральной или кислой дисперсионной среде, соответственно;

- Впервые с использованием совместных золь-гелей гидроксидов металлов получены и комплексно исследованы мезопористые композиционные пленки на основе оксидов алюминия и железа (III). Установлено, что в результате обжига композиций $\text{Al}(\text{OH})_3\text{-Fe}(\text{OH})_3$ -поливиниловый спирт при 700 °С происходит формирование наноструктурированных алюмооксидных пленок толщиной 7-10 мкм с равномерным распределением наночастиц оксида железа (III). Показана возможность варьирования текстурных, каталитических и оптических свойств в зависимости от состава.

Научная и практическая значимость

Научная значимость работы заключается в описании механизмов формирования композиционных материалов с различной морфологией в зависимости от вида прекурсора и природы поверхности компонентов. Описанные механизмы позволяют адаптировать используемые подходы для получения материалов подобной морфологии на основе других оксидов.

Практическая значимость работы заключается в возможности использования оксидных порошков, волокон и пленок в качестве каталитически и сорбционно-активных материалов для водоочистки (каталитическое разложение пероксида водорода и органических загрязнителей, сорбция соединений тяжелых металлов). Наноструктурированные пленки с варьируемыми оптическими и текстурными характеристиками могут быть использованы как составляющие оптических устройств и в качестве селективных мембранно-каталитических систем.

Ценность научных работ соискателя

Ценность работы соискателя Михайлова В.И. состоит в том, что впервые комбинацией золь-гель подхода с темплатным или гидротермальными методами получены материалы в форме порошков, волокон и пленок на основе оксидов алюминия и железа (III). Проведено комплексное исследование их состава и физико-химических свойств. Полученные системы имеют перспективное применение в качестве каталитически и сорбционно-активных материалов для водоочистки, а пленки могут быть использованы как составляющие оптических устройств и в качестве селективных мембранно-каталитических систем.

По материалам диссертации опубликованы 4 статьи в рекомендованных ВАК журналах, 2 статьи в сборниках, а также тезисы 33 докладов.

Специальность, которой соответствует диссертация

Диссертация соответствует паспорту специальности 02.00.04 – физическая химия в п. 3 (определение термодинамических характеристик процессов на поверхности, установление закономерностей адсорбции на границе раздела фаз и формирования активных центров на таких поверхностях), п. 4 (теория растворов, межмолекулярные и межчастичные взаимодействия) и п. 7 (макрокинетика, механизмы сложных химических процессов, физико-химическая гидродинамика, растворение и кристаллизация).

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем

Основные результаты работы отражены в 4 статьях в журналах, рекомендованных ВАК, 2 статьях в сборниках, а также в 33 тезисах докладов международных, всероссийских и региональных конференций.

Статьи:

1. Михайлов, В.И. Материалы на основе оксидов алюминия и железа, полученные гидротермальным методом / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Физика и химия стекла. – 2014. – Т. 40. – № 6. – С. 846-853.
2. Krivoschapkin, P.V. Mesoporous Fe-Alumina Films Prepared via Sol-gel Route / P.V. Krivoschapkin, V.I. Mikhaylov, E.F. Krivoschapkina, V.I. Zaikovskii, M.S. Melgunov, V.V. Stalugin // Microporous and Mesoporous Materials. – 2015. – V. 204. – P. 276-281.
3. Михайлов, В.И. Влияние нанодисперсного оксида железа(III) на морфологию микроразмерных волокон оксида алюминия / В.И. Михайлов, Е.Ф. Кривошапкина, В.А. Демин, Е.М. Тропников, П.В. Кривошапкин // Журнал общей химии. – 2016. – Т. 86. – № 2. – С. 185-190.
4. Mikhaylov, V.I. Hydrothermal synthesis, characterization and sorption properties of Al/Fe oxide-oxyhydroxide composite powders / V.I. Mikhaylov, T.P. Maslennikova, V.L. Ugolkov, P.V. Krivoschapkin // Advanced Powder Technology. – 2016. – V. 27. – P. 756-764.

Статьи в сборниках:

1. Михайлов, В.И. Мезопористые пленки на основе оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Ежегодник института химии Коми НЦ УрО РАН. – 2015. – С. 65-73.
2. Михайлов, В.И. Исследование физико-химических и сорбционных свойств композиционных оксидов (оксигидроксидов) алюминия и железа (III), полученных гидротермальным методом / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В.

Тезисы докладов:

1. Михайлов, В.И. Свойства железо- и алюмооксидных материалов, полученных золь-гель способом / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Актуальные проблемы химии, технологии и экологии растительного сырья: сб. труд. Рег. межвуз. кр. стола. – Сыктывкар, 2012. – С. 29-38.
2. Михайлов В.И. Исследование пленок оксида алюминия и оксида железа (III) методами малоуглового рассеяния синхротронного излучения, сканирующей электронной микроскопии, БЭТ / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина, А.П. Петраков // Актуальные проблемы неорганической химии: тез. докл. XI конф. мол. уч. – Звенигород, 2011. – С. 36.
3. Михайлов, В.И. Исследование свойств пленок оксида алюминия и оксида железа (III), полученных золь-гель способом / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина, А.П. Петраков // Всероссийский фестиваль науки: сб. матер. – Сыктывкар, 2012. – С. 92-98.
4. Михайлов, В.И. Изучение свойств нанодисперсных систем из оксидов алюминия и железа (III) // Менделеев-2012: тез. докл. VI Всеросс. конф. мол. уч., асп. и студ. с междунар. участием. – Санкт-Петербург, 2012. – С. 420-422.
5. Михайлов, В.И. Синтез и изучение свойств дисперсных систем из оксида железа (III) / Михайлов В.И., Кривошапкин П.В., Кривошапкина Е.Ф. // Химия и технология новых веществ и материалов: тез. докл. II Всеросс. мол. научн. конф. – Сыктывкар, 2012. – С. 31.
6. Михайлов, В.И. Получение и свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III) // Человек и окружающая среда: тез. докл. XXII Коми республ. научн. конф. студ. и асп. – Сыктывкар, 2012. – С. 59-60.
7. Михайлов, В.И. Микроразмерные волокна и пленки на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин // Структура, вещество, история литосферы тимано-североуральского сегмента: сб. матер. 21 Научн. конф. Института геологии Коми НЦ УрО РАН. – Сыктывкар, 2012. – С. 161-163.
8. Михайлов, В.И. Микроразмерные волокна и пленки на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин // Менделеев-2013: тез. докл. 7-ой Всеросс. конф. мол. уч., асп. и студ. с междун. участ. по химии и наноматериалам. – Санкт-Петербург, 2013. – С. 57-59.
9. Михайлов, В.И. Физико-химические свойства микроразмерных пленок на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Молодежь и наука на севере: матер. докл. II Всеросс. (XVII) мол. научн. конф. Сыктывкар, 2013. С. 41-42.
10. Михайлов, В.И. Получение и исследование композиционных волокнистых и пленочных материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Керамика и

- композиционные материалы: матер. докл. VIII Всеросс. конф. – Сыктывкар, 2013. – С. 133-134.
11. Кривошапкин, П.В. Получение алюмооксидных материалов, модифицированных оксидом железа / П.В. Кривошапкин, В.И. Михайлов, Е.Ф. Кривошапкина // Керамика и композиционные материалы: матер. докл. VIII Всеросс. конф. – Сыктывкар, 2013. – С. 118-119.
 12. Михайлов, В.И. Наноструктурированные пленки оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Высокотемпературная химия оксидных наносистем: тез. докл. Росс. конф.(с междунар. участ.). – Санкт-Петербург, 2013. – С. 88.
 13. Кривошапкин, П.В. Алюмооксидные материалы различной морфологии, модифицированные оксидом железа (III) / П.В. Кривошапкин, В.И. Михайлов, Е.Ф. Кривошапкина // Высокотемпературная химия оксидных наносистем: тез. докл. Росс. конф.(с междунар. участ.). – Санкт-Петербург, 2013. – С. 49.
 14. Михайлов, В.И. Исследование материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III), полученных золь-гель и гидротермальным методами // Новые материалы для электромашиностроения и радиоэлектроники: тез. докл. Междун. конф. – Научн. шк. мол. уч. «Новые материалы для электромашиностроения и радиоэлектроники». – Санкт-Петербург, 2013. – С. 53.
 15. Михайлов, В.И. Формирование алюмо- и железоксидных частиц в гидротермальных условиях / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Современные проблемы теоретической, экспериментальной и прикладной минералогии (Юшкинские чтения – 2014): матер. докл. минералогич. сем. с междун. уч. – Сыктывкар, 2014. – С. 226-227.
 16. Михайлов, В.И. Особенности формирования частиц оксидов алюминия и железа в гидротермальных условиях / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Химия и технология новых веществ и материалов: тез. докл. IV Всеросс. мол. научн. конф. – Сыктывкар, 2014. – С. 100-103.
 17. Михайлов, В.И. Золь-гель синтез и свойства мезопористых алюмооксидных пленок, допированных оксидом железа / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация как форма самоорганизации вещества: тез. докл. VIII Междун. научн. конф. – Иваново, 2014. – С. 174-175.
 18. Михайлов, В.И. Изучение состава и морфологии продуктов гидротермального синтеза с использованием солей и гидрозолей оксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация как форма самоорганизации вещества: тез. докл. VIII Междун. научн. конф. – Иваново, 2014. – С. 175.
 19. Михайлов, В.И. Исследование влияния оксида железа (III) на свойства алюмооксидных пленок, полученных золь-гель способом / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин, В.В. Сталюгин // Золь-гель 2014: тез. докл. III Междун. конф. стран СНГ. – Суздаль, 2014. – С. 56.
 20. Михайлов, В.И. Исследование продуктов гидротермальной обработки растворов солей и гидрозолей оксидов алюминия и железа / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Золь-гель 2014: тез. докл. III Междун. конф. стран СНГ. – Суздаль, 2014. – С. 57.

21. Михайлов, В.И. Золь-гель способ получения и исследование мезопористых покрытий на основе оксидов алюминия и железа / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Е.Ф. Кривошапкина // XXII Всероссийское совещание по неорганическим и органосиликатным покрытиям: тез. докл. – Санкт-Петербург, 2014. – С. 32-33.
22. Михайлов, В.И. Гидротермальный синтез систем на основе оксигидроксидов алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Структура, вещество, история литосферы Тимано-Североуральского сегмента: матер. докл. 23-й научн. конф. – Сыктывкар, 2014. – С. 95-97.
23. Михайлов, В.И. Состав, морфология и текстурные характеристики оксигидроксидов алюминия и железа (III), полученных гидротермальным способом // Функциональные материалы: синтез, свойства, применение: тез. докл. XV Всеросс. мол. научн. конф. с элементами научн. шк. – Санкт-Петербург, 2014. – С. 181-183.
24. Кривошапкин, П.В. Биомиметические системы – материалы будущего / П.В. Кривошапкин, И.С. Мартаков, В.И. Михайлов // Фундаментальная и прикладная наука глазами молодых ученых. Успехи, перспективы, проблемы и пути их решения: тез. докл. IV Научн.-практ. конф. мол. уч. РАН. – Санкт-Петербург, 2014. – С. 21.
25. Мартаков, И.С. Изучение взаимодействия нанокристаллической целлюлозы и наночастиц неорганических оксидов / И.С. Мартаков, П.В. Кривошапкин, М.А. Торлопов, В.И. Михайлов // Химия и технология новых веществ и материалов: тез. докл. V Всеросс. мол. научн. конф. – Сыктывкар, 2015. – С.89-91.
26. Михайлов, В.И. Сорбционные характеристики композиционных оксидов (оксигидроксидов) алюминия и железа, полученных гидротермальным методом / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин, И.Н. Артеева // Химия и технология новых веществ и материалов: тез. докл. V Всеросс. мол. научн. конф. – Сыктывкар, 2015. – С.41-44.
27. Михайлов, В.И. материалы на основе оксидов алюминия и железа различной морфологии / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, Т.П. Масленникова, Е.Ф. Кривошапкина // II Байкальский материаловедческий форум: матер. докл. Всеросс. научн. конф. с междун. уч. – Улан-Удэ, 2015. – С. 88-90.
28. Артеева, И.Н. Получение гидротермальным методом и исследование материалов на основе оксидов алюминия и железа (III) / И.Н. Артеева, В.И. Михайлов // Человек и окружающая среда: тез. докл. III Всеросс. научн. конф. студ., асп. и мол. уч. – Сыктывкар, 2015. – С. 77.
29. Михайлов, В.И. Мезопористые композиционные пленки оксидов алюминия и железа с варьируемыми текстурными, каталитическими и оптическими характеристиками / В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин, В.В. Сталюгин, Е.Ф. Кривошапкина // Синхротронные и нейтронные исследования: аннот. докл. Нац. мол. научн. шк. – Москва, 2015. – С. 85-86.
30. Мартаков, И.С. Физико-химические аспекты взаимодействия наночастиц оксидов металлов и наноцеллюлозы / И.С. Мартаков, М.А. Торлопов, В.И. Михайлов, П.В. Кривошапкин // Химия для биологии, медицины, экологии и сельского хозяйства: тез. докл. Междун. симп. – Санкт-Петербург, 2015. – С.163.
31. Михайлов, В.И. Гидротермальный синтез и сорбционные свойства композиционных оксидов (оксигидроксидов) алюминия и железа (III) / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Химия для биологии,

медицины, экологии и сельского хозяйства: тез. докл. Междун. симп. – Санкт-Петербург, 2015. – С.175-176.

32. Martakov, I. Preparation of (nanocrystalline cellulose)-based hybrid organic-inorganic composites: fundamental aspects / I. Martakov, M. Torlopov, P. Krivoschapkin, V. Mikhaylov // 5th Asian Symposium on Advanced Materials (ASAM-5): proceedings. – Busan, Korea, 2015. – P. 120-121.

33. Михайлов, В.И. Гидротермальный синтез и исследование композиционных порошков γ -AlOOH/ α -Fe₂O₃ / В.И. Михайлов, Т.П. Масленникова, П.В. Кривошапкин // Керамика и композиционные материалы: матер. докл IX Всеросс. конф. – Сыктывкар, 2016. – С. 151-153.

Диссертация Михайлова В.И. на тему «Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III)» представляет собой самостоятельно выполненную автором научно-квалификационную работу, результаты которой обеспечивают решение важных экспериментальных и теоретических задач, вносят вклад в развитие физико-химических основ направленного синтеза наноструктурированных материалов различной морфологии с заданными свойствами при использовании высокодисперсных систем оксидов алюминия и железа (III). Она полностью соответствует критериям Положения о порядке присуждения ученых степеней, предъявленным к кандидатским диссертациям.

Диссертация «Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III)» Михайлова В.И. рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия.

Заключение рассмотрено и одобрено на заседании объединенного семинара по неорганическому материаловедению Отдела химии и физики материалов ФГБУН Институт химии Коми НЦ УрО РАН.

На заседании присутствовало 23 чел. Результаты голосования: «за» – 23 чел., «против» – 0 чел., «воздержалось» – 0 чел. (протокол № 4 от 13 апреля 2016 г.).

Председатель семинара
д.х.н., с.н.с.



Рябков Ю.И.

Секретарь семинара
к.х.н., н.с.



Лоухина И.В.