

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 003.051.01 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института неорганической химии имени А.В. Николаева
Сибирского отделения Российской академии наук МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ПО ДИССЕРТАЦИИ Помеловой Татьяны Александровны
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 13 февраля 2019 года № 4

О присуждении Помеловой Татьяне Александровне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Получение и исследование наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов» в виде рукописи по специальности 02.00.01 – неорганическая химия (химические науки) принята к защите 21 ноября 2018 г., протокол № 18 диссертационным советом Д 003.051.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук (ИНХ СО РАН), (630090, г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, д. 3, действующего на основании приказа Минобрнауки РФ от 11.04.2012 № 105/нк).

Соискатель Помелова Татьяна Александровна, 1990 года рождения, в 2013 году окончила Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет» по специальности – химия. В период подготовки диссертации с сентября 2013 г. по июль 2017 г. Помелова Татьяна Александровна обучалась в очной аспирантуре ИНХ СО РАН. В настоящее время работает в лаборатории синтеза и роста монокристаллов соединений РЗЭ ИНХ СО РАН в должности младшего научного сотрудника. Диссертация подготовлена в лаборатории синтеза и роста монокристаллов соединений РЗЭ ИНХ СО РАН.

Научный руководитель – доктор химических наук Наумов Николай Геннадьевич работает в лаборатории синтеза и роста монокристаллов соединений РЗЭ ИНХ СО РАН в должности главного научного сотрудника.

Официальные оппоненты:

– Шевельков Андрей Владимирович, гражданин Российской Федерации, доктор химических наук, доцент, заведующий кафедрой неорганической химии Московского государственного университета имени М. В. Ломоносова, г. Москва;

– Исупов Виталий Петрович, гражданин Российской Федерации, доктор химических наук, доцент, главный научный сотрудник заведующий лабораторией интеркаляционных и механохимических реакций Института химии твердого тела и механохимии СО РАН, г. Новосибирск; дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» (СПбГУ), г. Санкт-Петербург, в своем **положительном заключении**, утверждённом И.О. проректора по научной работе СПбГУ к.ф.м-н.

Микушевым Сергеем Владимировичем, составленном д.х.н., профессором кафедры химической термодинамики и кинетики СПбГУ Зверевой Ириной Алексеевной, указала, что: «...диссертация Т.А. Помеловой «Получение и исследование наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, решающую задачи получения новых знаний о методах синтеза и свойствах наноразмерных материалов, имеющие важное значение для развития неорганической химии халькогенидов лантаноидов. Работа по своей актуальности, научному уровню, объему выполненных исследований, новизне результатов и их значимости для фундаментальной науки и практики отвечает требованиям пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Татьяна Александровна Помелова, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.01 – неорганическая химия. Отзыв подготовлен д.х.н., профессором И.А. Зверевой.

Отзыв обсужден и одобрен на заседании кафедры химической термодинамики и кинетики ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет» 15 января 2019 года, протокол № 91.08/13-04-1».

Соискатель имеет 4 опубликованные работы, из них 1 – в российском рецензируемом журнале, и 3 в рецензируемых зарубежных журналах; все журналы входят в перечень журналов индексируемых в международной информационно-аналитической системе научного цитирования Web of Science. Общий объем опубликованных по теме диссертации работ составляет 30 стр. (1,88 усл. печ. л.), 6 работ опубликованы в материалах всероссийских и международных конференций; публикаций в электронных научных изданиях нет.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Pomelova T.A, Podlipskaya T. Yu., Kuratieva N.V., Cherkov A.G., Nebogatikova N.A, Ryzhikov M.R., Huguenot A., Gautier R., Naumov N.G. Synthesis, Crystal Structure, and Liquid Exfoliation of Layered Lanthanide Sulfides KLn_2CuS_6 ($Ln = La, Ce, Pr, Nd, Sm$) // *Inorg. Chem.* 2018, 57, № 21, P. 13594-13605.
2. Pomelova T.A., Muraveva V.K., Podlipskaya T.Yu., Khandarkhaeva S.E., Nebogatikova N. A., Yushina I.V., Cordier S., Naumov N.G. Access to lanthanide telluride nanoparticles: liquid exfoliation of $LnTe_3$ ($Ln = La, Ho$) // *Mater. Sci. Eng., B.* – 2018 – V. 228 – P. 261-266.
3. Pomelova T.A., Khandarkhaeva S.E., Podlipskaya T.Yu., Naumov N.G. Top-down synthesis and characterization of exfoliated layered $KLnS_2$ ($Ln = La, Ce, Gd, Yb, Lu$) nanosheets, their colloidal dispersions and films. // *Col. Surf. A.* – 2016. – V. 504. – P. 298-304.

На диссертацию и автореферат диссертации поступило 6 отзывов. Все отзывы положительные, 5 – с замечаниями, 1 – без замечаний. Отзывы поступили от: *д.х.н., профессора Андреева Олега Валерьевича*, заведующего кафедрой неорганической и физической химии Федерального государственного автономного

образовательного учреждения высшего образования Тюменского государственного университета (г. Тюмень); *д.х.н., профессора Головнева Николая Николаевича*, профессора кафедры физической и неорганической химии Института цветных металлов и материаловедения Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования Сибирского федерального университета (г. Красноярск); *д.х.н. Кирика Сергея Владимировича*, профессора кафедры неорганической и физической химии Института цветных металлов и материаловедения Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования Сибирского федерального университета (г. Красноярск); *д.х.н., профессора Боронина Андрея Ивановича*, главного научного сотрудника группы исследования нанесенных металл-оксидных катализаторов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института катализа имени Г.К. Борескова Сибирского отделения РАН (г. Новосибирск); *д.х.н. Третьякова Евгения Викторовича*, заместителя директора по науке, заведующего лабораторией изучения нуклеофильных и ион-радикальных реакций Федерального государственного бюджетного учреждения науки Новосибирского института органической химии им. Н.Н. Ворожцова Сибирского отделения РАН (г. Новосибирск); *к.х.н. Шарфутдинова Марата Рашидовича*, старшего научного сотрудника лаборатории методов синхротронного излучения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения РАН.

Большинство замечаний к автореферату относятся к наличию неточностей в формулировках и носят уточняющий характер. Все отзывы заканчиваются выводом, что диссертационная работа Помеловой Т.А. по своей актуальности, новизне, научной и практической значимости **полностью соответствует** квалификационным требованиям, которые ВАК РФ предъявляет к кандидатским диссертациям, а её автор Помелова Т.А. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в области химии халькогенидов переходных металлов и нанотехнологии. Данные компетенции подтверждаются наличием публикаций оппонентов и сотрудников ведущей организации в данной области исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработаны методики синтеза слоистых соединений редкоземельных элементов состава LnTe_3 , KLnS_2 и KLn_2CuS_6 , основанные на транспортной реакции (LnTe_3 ; $\text{Ln} = \text{La}, \text{Ho}$) и на взаимодействии с избытком расплава полисульфидов калия (KLnS_2 ; $\text{Ln} = \text{La}, \text{Ce}, \text{Gd}, \text{Yb}, \text{Lu}$ и KLn_2CuS_6 , $\text{Ln} = \text{La}, \text{Ce}, \text{Pr}, \text{Nd}, \text{Sm}$);

- определено строение соединений LnTe_3 ($\text{Ln} = \text{La}, \text{Ho}$), KLn_2CuS_6 ($\text{Ln} = \text{Pr}, \text{Nd}, \text{Sm}$) и $\text{CsPr}_2\text{CuS}_6$ методом рентгеноструктурного анализа;

- предложен способ получения стабильных органоэполей, состоящих из малослойных нанопластинок толщиной от 1 до 15 нм и длиной 50-600 нм в

полярных растворителях без применения ПАВ путем прямой эксфолиации под воздействием ультразвука;

- *установлено*, что процесс получения пленок из нанопластинок фильтрованием органозолей протекает по маршруту ориентированного нарастания тонких слоев халькогенидов с образованием развитой поверхности;

- *показано* кратное (до 20 раз) увеличение интенсивности люминесценции пленок, полученных фильтрованием дисперсий, содержащих $\text{KLaS}_2:\text{Ln}'$ ($\text{Ln}' = \text{Tb}, \text{Sm}, \text{Eu}$).

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- *продемонстрирована* специфика эксфолиации изучаемых объектов, проявляющаяся в формировании тонких пластинок толщиной от 1 до 15 нм (2-19 слоев) и с развитой латеральной плоскостью, достигающей 50-600 нм в зависимости от халькогенидов лантаноидов, согласно методам ПЭМ, АСМ;

- *установлено*, что в ряду из 9 исследованных растворителей различной природы наиболее устойчивые и концентрированные дисперсии халькогенидов состава LnTe_3 ($\text{Ln} = \text{La}, \text{Ho}$), KLnS_2 ($\text{Ln} = \text{La}, \text{Ce}, \text{Gd}, \text{Yb}, \text{Lu}$) и KLn_2CuS_6 ($\text{Ln} = \text{La-Sm}$) получают при использовании изопропанола;

- *установлено*, согласно данным РФА и КР-спектроскопии, в осажденных пленках частицы сохраняют фазовую и спектроскопическую идентичность исходным порошковым образцам.

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

- *предложенные методы* и выявленные закономерности образования и диспергирования слоистых халькогенидов лантаноидов могут быть использованы при целенаправленном получении новых материалов на их основе;

- *решение проблемы* синтеза наночастиц халькогенидов лантаноидов в случае слоистых фаз открывает возможность исследования их свойств и поиска возможных применений коллоидных растворов и пленок, а также создания композитов на их основе;

- *разработана* новая методика получения безводных полисульфидов щелочных металлов ($\text{Li}, \text{K}, \text{Cs}$), заключающаяся в обработке их карбонатов парами разложения кипящего роданида аммония при температурах 200-300°C (K, Cs) или 800°C (Li);

- *разработанный способ* получения наночастиц является достаточно общим и может быть распространен на широкий круг халькогенидов РЗЭ со слоистой структурой и различной природой слоев;

- *данные* по кристаллическим структурам новых соединений, полученных в рамках настоящего исследования соединений, депонированы в банке структурных данных и являются общедоступными;

- *показано* увеличение интенсивности люминесценции пленок $\text{KLaS}_2:\text{Ln}'$ ($\text{Ln}' = \text{Eu}, \text{Sm}, \text{Tb}$), полученных из коллоидных растворов, по сравнению с люминесценцией объемных образцов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

для экспериментальных работ использовался комплекс независимых физико-химических методов исследования: рентгеноструктурный (РСТА) и рентгенофазовый (РФА) анализ, электронная спектроскопия поглощения, спектроскопия комбинационного рассеяния, инфракрасная спектроскопия, спектроскопия диффузного отражения, сканирующая, просвечивающая электронная (ПЭМ) и атомно-силовая (АСМ) микроскопия, измерение краевых углов смачивания, фотон-корреляционная спектроскопия, атомно-эмиссионный спектральный анализ; полученные различными методами данные не противоречат друг другу и известным литературным данным.

проведена апробация работы на 6 научных конференциях различного уровня, включая специализированные международные; результаты работы успешно прошли рецензирование в тематических российских и зарубежных научных журналах высокого уровня.

Личный вклад соискателя состоит в том, что: автор самостоятельно проводила все описанные в экспериментальной части синтеза соединений и получение дисперсий. Подготовка образцов для элементного анализа, микроскопии и спектроскопических исследований, а также обработка, интерпретация и анализ полученных экспериментальных данных выполнены лично диссертантом. Характеризация образцов проводилась при непосредственном участии диссертанта. Автор участвовала в постановке задач, решаемых в диссертации, в обсуждении полученных результатов совместно с научным руководителем. Подготовка научных статей осуществлялась совместно с научным руководителем и соавторами.

Диссертационный совет Д 003.051.01 на заседании 13 февраля 2019 г., протокол №4, пришел к выводу о том, что диссертация соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», т.е. представляет собой законченную научную работу, в которой решена задача получения наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов и изучены свойства получаемых объектов; принято решение присудить Помеловой Татьяне Александровне ученую степень кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 28 (двадцати восьми) человек, из них 7 (семь) докторов наук по специальности 02.00.01 – неорганическая химия, участвовавших в заседании и голосовании, из 33 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени – 28 (двадцать восемь), против присуждения учёной степени – 0 (нет), недействительных бюллетеней – 0 (нет).

Зам. председателя диссертационного совета
д.ф.-м.н., доцент

Козлова Светлана Геннадьевна

Ученый секретарь диссертационного совета
д.ф.-м.н.
13.02.2019 г.

Наполинный Владимир Акимович
Подпись Козловой С.Г. Козловой С.Г.
Засекретил Г.Г. Герасимов
Ученый секретарь ИНХ СО РАН
13 02 2019 г.