

Отзыв

официального оппонента доктора химических наук, профессора Борисова Ивана Михайловича на диссертационную работу **Ахметшина Булата Салаватовича** на тему «Синтез и закономерности агломерации наноразмерных солей щелочноземельных металлов (кальция, бария, стронция) и серы, получаемых из полисульфидных растворов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.4. Физическая химия.

Актуальность темы диссертации. Диссертационная работа Б.С. Ахметшина посвящена изучению закономерностей получения и последующей агломерации наноразмерных солей щелочноземельных металлов (кальция, бария, стронция) и серы. Синтез наночастиц с контролем их размеров имеет решающее значение, так как дает возможность регулировать потребительские качества наноматериалов и определять направления их применения.

В литературе предложен достаточно большой набор методов, позволяющих получать неорганические соединения наноразмерного диапазона. Однако, эти методы не универсальны и достаточно дороги. В связи с изложенным, разработка простого и сравнительно дешевого способа получения наноразмерных солей щелочноземельных металлов (ЩЗМ) и серы из полисульфидных растворов с возможностью их последующего разделения и контроля за размерами получаемых частиц, представляется крайне важной и актуальной задачей.

Диссертационная работа изложена на 168 страницах и включает 20 таблиц, 26 рисунков. Диссертационная работа состоит из введения, литературного обзора, экспериментальной части и обсуждения результатов, заключения, выводов и списка использованных источников (245 наименований).

Во введении обоснована актуальность выбранной темы, указаны ее цель и задачи, представлены научная новизна, практическая значимость работы.

Глава 1 (Литературный обзор) содержит обзор научных результатов, посвященных получению элементарной серы и солей щелочноземельных металлов в виде карбонатов, сульфатов и фосфатов наноразмерного масштаба, дается характеристика достоинств и недостатков известных

методов. Подробно описаны области практического применения исследуемых в диссертационной работе наноматериалов.

Глава 2 (Экспериментальная часть)

Представлены характеристики исходных материалов и реактивов, использованных в работе, приведена их квалификация. В данной главе содержится описание методов исследования, представлена методика синтеза наночастиц серы и солей ЩЗМ. Приведена методика измерения размеров частиц с применением лазерного анализатора SALT 7101 фирмы «Shimadzu». Анализ размеров и формы частиц проводился также с помощью зондового микроскопа Solver PRO-M и электронно-ионного (двухлучевого) микроскопа Helios NanoLab 660 FEI. Фазовый анализ порошков осуществлен с помощью рентгенофазового дифрактометра Rigaku Ultima IV. ИК-спектры измерялись с помощью Фурье-спектрометра FTIR-8400S фирмы «Shimadzu».

Глава 3. Получение и кинетика агломерации наноразмерных солей щелочноземельных металлов и серы

В главе 3 установлено, что эффективным способом для осуществления соосаждения наночастиц карбонатов ЩЗМ (MeCO_3) и серы (S) является барботаж углекислого газа через водные растворы полисульфидов состава MeS_x , где $\text{Me} = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$. Было обнаружено, что при взаимодействии полисульфидов с углекислым газом карбонаты ЩЗМ и серы осаждаются в виде наночастиц, затем они укрупняются и превращаются в частицы микронного размера. Аналогичные процессы агломерации наблюдаются для наноразмерных частиц сульфатов, фосфатов ЩЗМ и серы, получаемых путем смешения соответствующих полисульфидов с растворами серной и фосфорной кислот. Рассмотрены: 1. Кинетика совместной агломерации солей ЩЗМ и серы. 2. Влияние концентраций кислот на скорость агломерации солей ЩЗМ и серы. 3. Влияние температуры на скорость агломерации смесей 4. Влияние ПАВ на скорость агломерации солей ЩЗМ и серы.

Глава 4. Разделение смесей и кинетика агломерации отдельных компонентов

Для отделения наночастиц S от карбонатов и фосфатов ЩЗМ исходные смеси были обработаны соляной кислотой, а для отделения от сульфатов ЩЗМ – концентрированной серной кислотой. Для получения солей металлов

серу удаляли из раствора добавлением смеси (95% гидразингидрата и 5% моноэтаноламина). Серу идентифицировали с помощью рентгенофазового анализа и УФ-спектроскопии, а размеры и форма частиц определялись с помощью лазерного анализатора, зондовой и электронной микроскопии.

Глава 5. Примеры практического применения исследуемых наноразмерных соединений

Полисульфидные растворы кальция проявили себя как хорошие гидрофобизаторы неорганических пористых, в том числе строительных, материалов. Пропитка полисульфидным раствором материала с последующим высушиванием приводит к образованию на поверхности пор слоя из гидрофобных частиц серы, в результате чего материал приобретает водоотталкивающие свойства, что можно использовать для увеличения долговечности строительных материалов.

Основные результаты диссертационной работы отражены в заключении и выводах.

Степень достоверности результатов исследования

Достоверность полученных результатов, теоретических и экспериментальных исследований обеспечивается корректностью используемых апробированных методов и компьютерной обработки данных рентгенофазового анализа, электронного и зондового микроскопа. Общие выводы и конкретные результаты эквивалентны аналогичным результатам, полученным другими исследователями.

Новизна полученных результатов

Следует отметить три основных аспекта научной новизны.

Во-первых, в рецензируемой работе использован сравнительно простой способ одновременного осаждения нанодисперсных частиц карбонатов, сульфатов, фосфатов щелочноземельных металлов и серы путем смешения растворов полисульфидов ЩЗМ и соответствующих неорганических кислот. Предложена методика разделения получаемых смесей на отдельные компоненты.

Во-вторых, изучены кинетические закономерности агломерации наночастиц как отдельных компонентов, так и смесей солей ЩЗМ и серы.

Это позволило авторам работы установить динамику развития исследуемых процессов во времени, что важно для управления этими процессами.

В-третьих, изучено влияние на скорости совместной агломерации смесей наноконпонентов внешних факторов, таких как температура, концентрации использованных кислот, добавок неопола (поверхностно активного вещества). Полученные результаты открывают возможности регулирования размеров частиц изучаемых смесей.

Полнота изложения основных результатов диссертации в опубликованных трудах. Научные результаты диссертации опубликованы в 29 публикациях, из них по теме диссертационной работы опубликованы 11 статей в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК (из которых 5 статей – в журналах, индексируемых в Web of Science и Scopus), 5 статей – в изданиях, входящих в базу данных РИНЦ, и 12 тезисов докладов в сборниках Всероссийских и Международных конференций. Получен 1 патент РФ на изобретение.

При знакомстве с диссертацией возникли следующие вопросы и замечания:

1. Не раскрыт физический смысл уравнения $\ln(D) = \ln(D_0) + Qt$. Отсутствует вывод этой формулы на основе анализа элементарных стадий процесса образования наночастиц и их агломерации.

2. Не указана погрешность величин кажущихся констант в таблицах 11 (с. 115), 13 (с. 118), 15 (с. 121), 18 (с. 125), 20 (с. 130) и энергии активации в таблице 16 (с. 122).

3. Не раскрыта причина роста кажущихся констант при увеличении концентрации кислот в таблице 13 (с. 118).

4. Подпись к рисунку 14 (с. 125) не соответствует ординате и абсциссе.

5. В таблице 19 (с. 127) допущена ошибка в определении $\ln(D)$, что отразилось на значении Q .

Высказанные замечания и единичные опечатки, присутствующие в работе, не сказываются на положительном впечатлении от диссертационной работы.

Заключение. Диссертационная работа является научно-квалификационной работой, в которой решена важная для физической химии

задача установления закономерностей агломерации наноразмерных солей щелочноземельных металлов (кальция, бария, стронция) и серы, получаемых из полисульфидных растворов.

Диссертационная работа отвечает требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 «О порядке присуждения ученых степеней». Автор диссертации, Ахметшин Булат Салаватович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.4. Физическая химия.

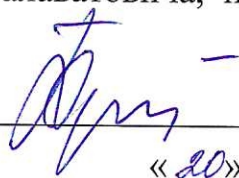
Официальный оппонент:

Доктор химических наук (специальность 02.00.04 – Физическая химия), профессор кафедры физической и органической химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский государственный нефтяной технический университет». Телефон: +7 927 328-59-21, email: borisovim@yandex.ru

Борисов Иван Михайлович

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Уфимский государственный нефтяной технический университет». Адрес: 450064, Приволжский федеральный округ, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Космонавтов, д. 1, +7 (347)243-19-77, info@rusoil.net

Даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой Ахметшина Булата Салаватовича, и их дальнейшую обработку.

 / И.М. Борисов
«20» 11 2024 г.

Подпись Борисова Ивана Михайловича заверяю,
Начальник отдела по работе с персоналом

