

Протокол № 433

заседания диссертационного совета 24.2.288.04

от 04.07.2023

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 17 человек. Присутствовали на заседании 15 человек.

Председатель заседания: д. хим. наук, профессор Введенский Александр Викторович

Присутствовали: д. хим. наук, профессор Введенский Александр Викторович, д. хим. наук, профессор Семенов Виктор Николаевич, к. хим. наук Хохлова Оксана Николаевна, д. хим. наук, профессор Бобрешова Ольга Владимировна, д. хим. наук, профессор Бутырская Елена Васильевна, д. хим. наук, доцент Зарцын Илья Давидович, д. хим. наук, профессор Кравченко Тамара Александровна, д. хим. наук, профессор Селеменев Владимир Федорович, д. хим. наук, профессор Семенова Галина Владимировна, д. хим. наук, профессор Шапошник Владимир Алексеевич, д. хим. наук, профессор Хохлов Владимир Юрьевич, д. хим. наук, доцент Козадеров Олег Александрович, д. хим. наук, доцент Кострюков Виктор Федорович, д. хим. наук, доцент Томина Елена Викторовна, д. хим. наук, доцент Козадерова Ольга Анатольевна.

Слушали: Члена экспертной комиссии, созданной для предварительного ознакомления с диссертационной работой Нестройной Ольги Владимировны «Синтез и свойства слоистых двойных гидроксидов, содержащих в структуре элементы триады железа» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1. Неорганическая химия, д.х.н., доцента Томину Е.В.

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет».

Диссертация представляется к защите впервые и удовлетворяет всем требованиям ВАК РФ.

Диссертационная работа О.В. Нестройной посвящена синтезу слоистых двойных гидроксидов (СДГ) нового состава, содержащих в своей структуре катионы элементов триады железа, и изучению закономерностей изменения физико-химических свойств материалов в зависимости от условий синтеза и состава СДГ.

Актуальность научной задачи определяется перспективами дальнейшего использования полученных результатов для синтеза новых неорганических соединений, обладающих заданными магнитными, каталитическими, сорбционными и иными свойствами.

В задачи работы входит:

- Синтез трехкатионных слоистых двойных гидроксидов со структурой гидроталькита, содержащих трехзарядные ионы никеля в бруситоподобном слое;
- Синтез четырехкатионных слоистых двойных гидроксидов со структурой гидроталькита, содержащих в бруситоподобном слое ионы железа и кобальта;
- Изучение физико-химических свойств синтезированных соединений, а именно рентгенографическое описание, оценка морфологии частиц, получение спектральных характеристик; изучение поведения синтезированных слоистых двойных гидроксидов при термической обработке, в цикле дегидратации-регидратации и в процессе термопрограммированного восстановления водородом;

- Оценка каталитических свойств никельсодержащих СДГ и продуктов их термических и восстановительных превращений в реакции получения метана из диоксида углерода и водорода;

- Определение магнитных и сорбционных свойств четырехкатионных СДГ.

Наиболее существенными новыми научными результатами, представленными в диссертационной работе, могут считаться следующие:

1. Впервые синтезирован ряд слоистых двойных гидроксидов, содержащих в своей структуре Ni (3+) и подтверждена стабилизация никеля с зарядом 3+ в структуре бруситоподобного слоя СДГ.

2. Показана возможность использования Mg/AlNi-СДГ в роли прекурсоров катализаторов, и предложен механизм реакции гидрирования диоксида углерода на поверхности никельсодержащих катализаторов, полученных путем термической обработки СДГ с последующим их восстановлением.

3. Выбраны оптимальные условия синтеза четырехкатионных MgCo/AlFe-СДГ, обеспечивающие получение образцов с высокой кристалличностью. Установлено, что при синтезе MgCo/AlFe-СДГ в нитратной форме образцы проявляют магнитные свойства, что связано с образованием шпинельной фазы феррита кобальта, которая не формируется в избытке карбонатов.

4. Для всех синтезированных соединений рассчитаны параметры кристаллической ячейки, получены сведения о поведении при термической обработке и о способности к восстановлению слоистой структуры после цикла дегидратации-регидратации.

В диссертационной работе решена актуальная научная задача синтеза новых неорганических соединений с перспективными свойствами. В диссертации определены оптимальные условия синтеза слоистых двойных гидроксидов, содержащих в структуре катионы триады железа, и изучено влияние условий синтеза на физико-химические свойства СДГ.

Показано, что наиболее окристаллизованные и геометрически правильные частицы никельсодержащих СДГ могут быть получены гидротермальным методом синтеза при температуре 120 °С. Однако микроволновым методом и методом соосаждения при переменном рН также синтезированы однофазные материалы с высокой степенью кристалличности. Отмечено, что максимальная степень замещения алюминия на никель составляет 25%. Более высокая степень замещения алюминия на никель приводит к частичной или полной деструкции структуры гидроталькита. Методами XANES и РФЭС подтверждено трехзарядное состояние никеля. Методом температурно-программированного восстановления в потоке водорода показано, что полное восстановление никеля из структуры СДГ происходит при температурах выше 700 °С. Совмещенным методом ТГ-ДТА изучена термическая стабильность образцов. На кривых ТГ-ДТА зафиксированы основные этапы потери масс, отвечающие дегидроксилированию и декарбоксилированию СДГ. Путем термической обработки СДГ с последующим восстановлением водородом получены катализаторы гидрирования углекислого газа по реакции Сабатье. Конверсия CO₂ с ростом температуры реакции резко возрастает и достигает 70% при 350 °С. Селективность катализаторов по метану близка к 100% и слабо зависит от температуры реакции.

Четырехкатионные (MgCo/AlFe) СДГ также были синтезированы тремя методами. Для данного ряда образцов варьировали не только катионный, но и анионный составы (карбонатная или нитратная формы). Показано, что образцы, синтезированные в нитрат-

ной форме, обладают магнитными свойствами, что объясняется присутствием посторонней фазы шпинели CoFe_2O_4 . Наиболее окристаллизованные СДГ синтезированы в гидротермальных условиях, хотя для всех образцов отмечено присутствие дефектов упаковки. Самыми низкими значениями намагниченности обладают образцы, полученные в микроволновых условиях. Установлено, что скорость синтеза существенно не влияет на формирование магнитной фазы, а увеличение содержания ионов кобальта и железа приводит к росту удельной намагниченности. Четырехкатионные СДГ обладают высокой сорбционной емкостью по отношению к красителю Конго красному. Процесс сорбции на изучаемых материалах адекватно описывается кинетикой псевдо-второго порядка, а изотермы сорбции для всех образцов СДГ в изученном диапазоне концентраций хорошо описываются моделью Ленгмюра.

Работа выполнена на высоком уровне с использованием целого ряда современных физико-химических методов исследования. Обработка и анализ полученных экспериментальных данных осуществлены корректно. Полученные результаты о структуре и свойствах СДГ хорошо согласуются с данными о соединениях этого класса, представленными в литературных источниках.

Тема и содержание диссертации соответствует специальности 1.4.1. Неорганическая химия.

Текст диссертации, представленной в диссертационный совет, идентичен тексту диссертации, размещенной на сайте организации. Проверка текста по программе «Антиплагиат» показала высокий уровень оригинальности текста (90 %), выявленные совпадения не являются плагиатом. В диссертации отсутствуют заимствования материала без ссылки на первоисточники. В работе отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах, в которых изложены основные научные результаты исследования. Соблюдены требования «Положения о порядке присуждения учёных степеней».

Полнота представления материалов диссертации в печати составляет 95%. Список работ, опубликованных по теме диссертации, включает 18 научных работ, в том числе: 5 статей в рекомендованных ВАК РФ рецензируемых научных изданиях (реферируются в базах Web of Science и Scopus), 3 статьи в журналах, индексируемых Scopus, и 10 материалов и тезисов конференций. Требования, предусмотренные пунктами 11 и 13 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», выполнены.

Результаты работы могут быть рекомендованы для использования в Белгородском государственном национальном исследовательском университете, Ивановском государственном химико-технологическом университете, Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Уральском федеральном университете, Институте катализа им. Г.К. Борескова СО РАН. Рассмотрение диссертации О.В. Нестройной входит в компетенцию диссертационного совета 24.2.288.04 при Воронежском государственном университете.

Комиссия рекомендует представить ее к защите по специальности 1.4.1. Неорганическая химия. Рассмотрение диссертации Нестройной Ольги Владимировны входит в компетенцию диссертационного совета 24.2.288.04 при Воронежском государственном университете. Комиссия рекомендует представить ее к защите по специальности 1.4.1. Неорганическая химия.

В качестве официальных оппонентов предлагаются:

- **Агафонов Александр Викторович**, доктор химических наук, профессор, федеральное государственное учреждение науки Институт химии растворов им. Г.А. Крестова РАН, научно-исследовательский отдел «Научные и технологические основы получения функциональных материалов и нанокompозитов», заведующий;

- **Баранчиков Александр Евгеньевич**, кандидат химических наук, федеральное государственное учреждение науки Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова РАН (ИОНХ РАН), лаборатория синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья, ведущий научный сотрудник.

В качестве ведущей организации рекомендуется **федеральное государственное бюджетное учреждение высшего образования Ивановский государственный химико-технологический университет**, Иваново.

Оппоненты и ведущая организация выразили свое предварительное согласие.

Постановили:

Принять к защите Нестройной Ольги Владимировны «Синтез и свойства слоистых двойных гидроксидов, содержащих в структуре элементы триады железа» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1. Неорганическая химия.

Утвердить официальными оппонентами:

- **Агафопова Александра Викторовича**, доктор химических наук, профессор, федеральное государственное учреждение науки Институт химии растворов им. Г.А. Крестова РАН, научно-исследовательский отдел «Научные и технологические основы получения функциональных материалов и нанокompозитов», заведующий;

- **Баранчикова Александра Евгеньевича**, кандидат химических наук, федеральное государственное учреждение науки Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова РАН (ИОНХ РАН), лаборатория синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья, ведущий научный сотрудник.

В качестве ведущей организации рекомендуется **федеральное государственное бюджетное учреждение высшего образования Ивановский государственный химико-технологический университет**, Иваново.

Назначить дату защиты на 21 сентября 2023 г.

Разрешить опубликование автореферата диссертации на правах рукописи и утвердить список его рассылки.

Результаты голосования: «за» – 15, «против» – нет, «воздержался» – нет

Председатель
диссертационного совета

/ Введенский А.В. /

Ученый секретарь
диссертационного совета

/ Хохлова О.Н. /

