

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д.212.166.08,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
АВТОНОМНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
НИЖЕГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМ. Н.И. ЛОБАЧЕВСКОГО» МИНОБРНАУКИ РФ, ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ДОКТОРА НАУК

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 10.12.2019 г., протокол заседания № 17

О присуждении Сибиркину Алексею Алексеевичу, гражданину РФ, ученой степени доктора химических наук. **Диссертация** «Получение теллуритно-молибдатных стекол с улучшенной оптической прозрачностью» **в виде рукописи**, по специальности 02.00.01 – Неорганическая химия (химические науки) принята к защите 28 августа 2019 года (протокол заседания № 12) диссертационным советом Д.212.166.08, созданным на базе федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (603950, г. Нижний Новгород, просп. Гагарина, 23, приказ Министерства образования и науки Российской Федерации № 105/нк от 11.04.2012 г.).

Соискатель, Сибиркин Алексей Алексеевич, 1968 года рождения. В 1991 году окончил химический факультет Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского по специальности «Химия». В 2003 году защитил диссертацию на соискание ученой степени кандидата химических наук «Очистка тетрахлорида титана методом неадиабатической противоточной кристаллизации из расплава» по специальности 02.00.01 –

Неорганическая химия в диссертационном совете Д.212.166.08, созданном на базе Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского. В настоящее время Сибиркин Алексей Алексеевич работает в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского» на кафедре неорганической химии химического факультета в должности доцента.

Диссертация выполнена на кафедре неорганической химии химического факультета ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского» (ННГУ).

Научный консультант – доктор химических наук по специальности 02.00.01 – Неорганическая химия, профессор, академик РАН **Чурбанов Михаил Федорович**, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского», химический факультет, заведующий кафедрой неорганической химии.

Официальные оппоненты:

Зломанов Владимир Павлович, доктор химических наук, профессор, профессор кафедры неорганической химии химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»,

Антропова Татьяна Викторовна, доктор химических наук, доцент, заведующая лабораторией физической химии стекла ФГБУН «Ордена Трудового Красного Знамени Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук»,

Тверьянович Юрий Stanisлавович, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой лазерной химии и лазерного

материаловедения Института химии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук» в своем **положительном отзыве**, составленном и подписанном заведующей лабораторией высокочистых веществ, главным научным сотрудником ИОНХ РАН доктором химических наук Бреховских Марией Николаевной, указала, что диссертационная работа А.А. Сибиркина по своему содержанию, значимости и оригинальности результатов, глубине и систематичности проработки решаемых задач **соответствует** требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора наук, изложенным в «Положении о порядке присуждения ученых степеней» в редакции Постановления Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842, и автор диссертации А.А. Сибиркин **заслуживает** присуждения ему ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.01 Неорганическая химия.

Соискатель имеет 165 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации одну главу в монографии, 19 статей в рецензируемых отечественных и зарубежных научных изданиях, которые включены в перечень ВАК РФ для опубликования основных научных результатов диссертации, 5 патентов на изобретения. Материалы диссертационной работы представлены в виде 35 докладов на международных, всероссийских и региональных конференциях. Общий объем опубликованных работ по теме диссертации составляет 11 печатных листов.

Недостоверные сведения о списке трудов, об опубликованных соискателем ученой степени работах, в которых изложены основные результаты диссертации, в диссертации А.А. Сибиркина отсутствуют.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Сибиркин, А.А. Теллуритно-молибдатные стекла / **А.А. Сибиркин**
// Высокочистые вещества. Под ред. М.Ф. Чурбанова. – М.: Научный мир,
2018. – С. 966 – 978.

2. Патент 2484026 Российская Федерация. МПК С 03 С 3/12. Способ
получения особо чистых теллуритно-молибдатных стекол / М.Ф. Чурбанов,
А.А. Сибиркин, О.А. Замятин. Оpubл. 10.06.2013. Бюл. 16. - Заявка на
изобретение 2011153081/03. Заявл. 27.12.2011.

3. Сибиркин, А.А. Совместное осаждение оксидов теллура и
молибдена из водных растворов / **А.А. Сибиркин**, О.А. Замятин,
Е.В. Торохова, М.Ф. Чурбанов, А.И. Сучков, А.Н. Моисеев // Неорганические
материалы. 2011.– Т. 47, № 10. – С. 1333 – 1336.

4. Сибиркин, А.А. Примесный состав теллуритно-молибдатных
стекол, полученных из шихты, осажденной в солянокислых растворах
соединений теллура и молибдена действием аммиака / **А.А. Сибиркин**,
О.А. Замятин, М.Ф. Чурбанов, А.Н. Моисеев, В.Г. Пименов //
Неорганические материалы.- 2013.- Т. 49, № 2.- С. 217 – 220.

5. Сибиркин, А.А. Получение смеси гидроксидов теллура (IV),
молибдена (VI) и висмута (III) совместным осаждением из водных растворов
/ **А.А. Сибиркин**, О.А. Замятин, Е.В. Торохова, И.Г. Горева, М.Ф. Чурбанов,
А.И. Сучков, А.Н. Моисеев // Неорганические материалы.- 2015.- Т. 51, № 3.-
С. 289–292.

6. Сибиркин, А.А. Совместное осаждение соединений теллура (IV),
молибдена (VI), лантана (III) из солянокислых растворов / **А.А. Сибиркин**,
И.Г. Федотова, О.А. Замятин, А.И. Сучков, М.Ф. Чурбанов // Неорганические
материалы.- 2015.- Т. 51, № 6.- С. 685 – 688.

7. Патент 2584474 Российская Федерация. МПК С 03 С 3/12. Способ
получения многокомпонентных теллуритных стекол / М.Ф. Чурбанов,
А.А. Сибиркин, О.А. Замятин, И.Г. Горева, С.А. Гаврин. – Заявл. 07.04.2015.
Заявка на изобретение 2015112745. Оpubл. 20.05.2016. Бюл. 14.

8. Патент 2584482 Российская Федерация. МПК С 03 С 6/04. Шихта для получения теллуритных стекол (варианты) / М.Ф. Чурбанов, **А.А. Сибиркин**, О.А. Замятин, И.Г. Горева, С.А. Гаврин. – Заявл. 07.04.2015. Заявка на изобретение 2015112744. Оpubл. 20.05.2016. Бюл. 14.

9. Патент 2587199 Российская Федерация. МПК С 03 С 6/00, G 02 В 6/00. Шихта для получения теллуритно-молибдатных стекол (варианты) / М.Ф. Чурбанов, **А.А. Сибиркин**, О.А. Замятин, И.Г. Горева, С.А. Гаврин. – Заявл. 20.04.2015. Заявка на изобретение 2015114735. – Оpubл. 20.06.16. Бюл. 17.

10. Замятин, О.А. Удельный коэффициент поглощения никеля в стекле $(\text{TeO}_2)_{0.80}(\text{MoO}_3)_{0.20}$ / О.А.Замятин, М.Ф.Чурбанов, В.Г.Плотниченко, **А.А.Сибиркин**, И.Г.Горева // Неорганические материалы. – 2015. – Т. 51, № 3. – С. 328 – 332.

11. Замятин, О.А. Удельный коэффициент поглощения кобальта(+2) в стекле $(\text{TeO}_2)_{0.80}(\text{MoO}_3)_{0.20}$ / О.А.Замятин, М.Ф.Чурбанов, В.Г.Плотниченко, А.В.Харахордин, **А.А.Сибиркин**, И.Г.Федотова // Неорганические материалы.- 2015. – Т. 51, № 6. – С. 693 – 696.

12. Замятин, О.А. Удельный коэффициент поглощения меди в стекле $(\text{TeO}_2)_{0.80}(\text{MoO}_3)_{0.20}$ / О.А. Замятин, М.Ф. Чурбанов, В.Г. Плотниченко, **А.А. Сибиркин**, И.Г. Федотова, С.А. Гаврин // Неорганические материалы. – 2015. – Т. 51, № 12. – С. 1380 – 1384.

13. Замятин, О.А. Удельный коэффициент поглощения хрома в стекле $(\text{TeO}_2)_{0.80}(\text{MoO}_3)_{0.20}$ / О.А. Замятин, М.Ф. Чурбанов, Е.В. Замятина, С.А. Гаврин, **А.А. Сибиркин** // Неорганические материалы. – 2016. – Т. 52, № 12. – С. 1385 – 1388.

14. Кутьин, А.М. Кинетика кристаллизации стекол $(\text{TeO}_2)_{1-x}(\text{MoO}_3)_x$ по данным ДСК / А.М. Кутьин, А.Д. Плехович, **А.А. Сибиркин** // Неорганические материалы.- 2015.- Т. 51, № 12.- С. 1385–1392.

15. Zamyatin, O.A. Glass-Forming Region and Physical Properties of the Glasses in the $\text{TeO}_2 - \text{MoO}_3 - \text{Bi}_2\text{O}_3$ system / O.A. Zamyatin, A.D. Plekhovich,

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. **Аветисов Игорь Христофорович**, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой химии и технологии кристаллов ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»; **Петрова Ольга Борисовна**, кандидат химических наук, доцент, доцент кафедры химии и технологии кристаллов ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева». В качестве замечаний по автореферату отмечено следующее.

1. В тексте автореферата не приведены спектры поглощения (или пропускания) стекол, а только указаны коротковолновые края пропускания (для 10 % пропускания излучения образцом толщиной 1 см, что соответствует поглощению $2,3 \text{ см}^{-1}$). Такое представление результатов затрудняет сравнение и не дает информации о характере границы окна прозрачности и о возможных полосах поглощения.

2. При получении празеодимсодержащих стекол в качестве компонента указан оксид празеодима $\text{PrO}_{1.5}$ (Pr_2O_3). Однако оксид празеодима существует в виде оксидов Pr(II), Pr(III) и Pr(IV), которые принято описывать формулой Pr_6O_{11} . В сложном оксиде $\text{Pr}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$, использованном для синтеза шихты, возможно различное состояние, как празеодима, так и молибдена. Не обсуждается вопрос о влиянии переменной степени окисления празеодима на степень окисления молибдена.

2. **Данилов Вячеслав Петрович**, доктор химических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова» РАН. Отзыв без замечаний.

3. **Дунаев Анатолий Алексеевич**, доктор технических наук, старший научный сотрудник, начальник лаборатории оптических сред и функциональных кристаллических материалов УФ, видимого и ИК диапазонов АО «Научно-производственное объединение Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова». По автореферату сделаны следующие замечания.

1. Автор неудачно использует термин «область стеклования» (стр. 7, 18, рис. 1 – 3), хотя в выводах (стр. 36) возвращается к общепринятой «области стеклообразования».

2. Из обсуждения оптических свойств синтезированных стекол практически выпала информативная ИК область, наличие (или отсутствие) полос поглощения в которой могло бы пролить свет на химические процессы в расплавах.

3. Улучшение (или ухудшение) оптической прозрачности теллуритно-молибдатных стекол автор связывает, преимущественно, с различной степенью окисления атомов молибдена (Mo^{+6} , Mo^{+5}). За пределами автореферата осталось влияние других, более прозаических причин, например, пористости, свильности, размеров и концентраций включений. М.б., эта информация содержится в тексте диссертации.

4. **Федоров Павел Павлович**, доктор химических наук, профессор, заведующий отделом нанотехнологий ФГБУН «Институт общей физики им. А.М. Прохорова» РАН.

В качестве замечания указывается на то, что анализируются величины, характеризующие край оптического пропускания в коротковолновой области, но отсутствуют сведения о прозрачности синтезированных образцов в ИК-диапазоне, для которого они могут представлять непосредственный интерес.

5. **Жукова Лия Васильевна**, доктор технических наук, профессор кафедры физической и коллоидной химии Химико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого

Президента России Б.Н. Ельцина», Заслуженный изобретатель РФ. В отзыве имеются вопросы и замечания по работе.

1. Диссертация посвящена разработке ТМС с улучшенными оптическими свойствами, однако спектры прозрачности от видимой до ИК области отсутствуют. Кроме того, следовало бы сравнить оптические свойства разработанных ТМС с известными стеклами.

2. Глава 8 не соответствует содержанию данной работы, поэтому следует исключить из списка публикаций номера с 19 по 25.

3. Выполненная работа требует более конкретного изложения выводов, например, по чистоте, диапазону прозрачности ТМС, размеру частиц шихты.

4. Каким образом обеспечена работа с опасными веществами (например, соединениями теллура)?

6. **Смаев Михаил Петрович**, кандидат физико-математических наук, ведущий инженер Международного центра лазерных технологий РХТУ им. Д.И. Менделеева, **Сигаев Владимир Николаевич**, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой химической технологии стекла и ситаллов РХТУ им. Д.И. Менделеева. В качестве замечаний отмечено следующее.

1. В автореферате не анализируется влияние использованных подходов к получению стекол на другие (помимо прозрачности) оптические свойства синтезируемых систем (показатель преломления, ширина запрещенной зоны), которые также важны для приложений.

2. В иллюстративном материале присутствует небольшой технический брак – рисунок 3 плохо пропечатан, что усложняет восприятие приводимой на нем информации.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью, достижениями в научных исследованиях с близкой тематикой, наличием у оппонентов и сотрудников

ведущей организации публикаций в рецензируемых журналах и высоким профессиональным уровнем.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработаны** научные основы методов получения теллуритно-молибдатных стекол;

- **предложены** новые методы получения теллуритно-молибдатных стекол с улучшенной оптической прозрачностью в видимой и ближней ИК-областях спектра из шихты, составленной из веществ различной химической природы;

- **доказаны:** 1) влияние атомов Mo^{+5} на оптическую прозрачность теллуритно-молибдатных стекол; 2) применимость использованного подхода к разработке методов получения теллуритно-молибдатных стекол на стекла других систем;

- **введены** уточненные данные о составе гидратных форм молибдена (VI) в водном растворе и условиях их взаимного перехода.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- **доказан факт** снижения оптической прозрачности теллуритно-молибдатных стекол, вызванного присутствием в стекле атомов Mo^{+5} ; этот факт интересен тем, что элемент, образующий макрокомпонент стекла, проявляет себя как примесь, находясь в другом состоянии окисления;

- **применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован** концептуальный подход к описанию химических превращений компонентов шихты при их термической обработке и гомогенизирующем плавлении, исходящий из представлений о нагреваемой шихте и стеклообразующем расплаве как о химических реагирующих системах;

- **изложены** предпосылки к разработке методов получения теллуритно-молибдатных стекол, основанные на физических и химических

свойствах потенциальных компонентов исходной шихты, отличающихся химической природой;

- **раскрыты** причины, вызывающие снижение оптической прозрачности теллуритно-молибдатных стекол в отличие от теллуритных стекол, не содержащих триоксида молибдена;

- **изучены** химические и фазовые превращения исходных компонентов шихты при ее термической обработке;

- **проведена модернизация** представлений о роли термической обработки шихты в процессе получения стекол с улучшенными характеристиками на примере получения теллуритно-молибдатных стекол с улучшенной оптической прозрачностью.

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

- **разработаны и внедрены** новые методы получения теллуритно-молибдатных стекол из шихты, представляющей собой: 1) осадки, выделенные из растворов соединений соответствующих элементов; 2) смеси неорганических кислот и их солей, способных в индивидуальном состоянии разлагаться с образованием бинарных оксидов; 3) смеси сложных оксидов элементов;

- **определены** границы области стеклообразования в тройных системах $\text{TeO}_2 - \text{MoO}_3 - \text{Bi}_2\text{O}_3$, $\text{TeO}_2 - \text{MoO}_3 - \text{La}_2\text{O}_3$, $\text{TeO}_2 - \text{MoO}_3 - \text{Pr}_2\text{O}_3$, что позволяет получать стекла новых составов;

- **созданы** основы методик оценки содержания атомов Mo^{+5} в стеклах;

- **представлены** данные о термических и оптических свойствах двух- и трехкомпонентных теллуритно-молибдатных стекол в широкой области составов, необходимые для создания на их основе оптических материалов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- **для экспериментальных работ** достоверность результатов подтверждается их воспроизводимостью; соответствием между

экспериментальными данными, полученными независимыми методами, с литературными сведениями; применением современных экспериментальных методов исследования;

- **теория** основывается на свойствах неорганических соединений и базовых подходах к химическому равновесию;

- **идея базируется** на представлениях о стеклообразующем расплаве как продукте химических реакций;

- **использовано** сравнение данных автора работы с данными, полученными в работах других исследователей по аналогичным системам одновременно (параллельно) с работами автора;

- **установлено** соответствие сформулированных закономерностей с тенденциями изменения свойств соединений исследуемых элементов;

- **использованы** приемы, основанные на выполнении серий параллельных экспериментов, на варьировании исследуемого параметра при неизменности остальных.

Личный вклад соискателя состоит в анализе содержания опубликованных источников по теме диссертационной работы, формулировке цели работы и постановке задач исследования, разработке новых способов получения теллуритно-молибдатных стекол, развитии представлений о стеклообразующем расплаве как продукте химических реакций и их использовании при разработке способов получения стекол с улучшенной оптической прозрачностью, интерпретации и обобщении экспериментальных результатов, оформлении их в виде научных публикаций и апробации результатов на международных и всероссийских конференциях.

Диссертация охватывает основные вопросы поставленной научной задачи (проблемы) и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается обоснованным и целенаправленным планом исследований, формулировкой цели работы и выводов.

Диссертационная работа представляет собой завершенную научно-исследовательскую работу, в которой на основании выполненных автором

исследований разработаны положения, совокупность которых можно квалифицировать как научное достижение, заключающееся в создании физико-химических основ получения теллуритно-молибдатных стекол с улучшенной оптической прозрачностью в видимой и ближней ИК-областях спектра. Диссертация по форме и содержанию соответствует требованиям пп. 9 – 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 (ред. от 02.08.2017), предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени доктора наук.

На заседании 10 декабря 2019 года диссертационный совет принял решение присудить Сибиркину А.А. ученую степень доктора химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 7 докторов наук по специальности 02.00.01 Неорганическая химия, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 18 человек, против 1 человек, недействительных бюллетеней 1.

Председатель

диссертационного совета

Д.212.166.08

д.х.н., профессор



Князев Александр Владимирович

Ученый секретарь

диссертационного совета

Д.212.166.08

к.х.н.

Буланов Евгений Николаевич

10 декабря 2019 года