

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Ключик Оксаны Николаевны на тему
**«Самораспространяющийся высокотемпературный синтез
нанопорошков оксида скандия для оптической керамики»**,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 1.4.1 – «Неорганическая химия»

Оксиды РЗЭ и их твердые растворы являются весьма важными компонентами электронных материалов для информационных и коммуникационных технологий, элементов хранения и обработки данных, оптики, магнитных, энергетических и силовых преобразователей. Пленки полупроводников используют в качестве диэлектриков в металл-оксидных полупроводниках из-за их высокой диэлектрической проницаемости, широкой запрещенной зоны и превосходной физической и химической стабильности при контакте с кремниевой подложкой. Редкоземельные люминесцентные наноматериалы могут выдерживать воздействие сильного ультрафиолетового и высокоэнергетического излучения, обладают высокой термостойкостью, яркими цветами и узкими полосами излучения. Широко исследуется прозрачная керамика ИАГ:Nd, модифицированная оксидом скандия, в то же время возможности оптической керамики на основе оксида скандия исследованы явно недостаточно. Поэтому задачи, поставленные и решаемые Ключик Ольгой Николаевной в диссертационной работе, актуальны и обоснованы проведенным литературным обзором проблемы.

Для достижения цели работы, автор провела термодинамический расчёт влияния трех видов органических восстановителей на температуры синтеза порошков оксида скандия, исследовала как термодеструкцию индивидуальных исходных компонентов, так и их хелатных прекурсоров методом синхронного термоанализа. Обработкой полученных данных установлено, что оптимальным типом восстановителя для достижения поставленных целей является глицин. Изучено спекания керамики оксида скандия, легированной ионами Yb^{3+} и исследованы её основные оптические свойства. Установлено, что использование фторида лития при горячем прессовании способствует интенсификации процессов спекания с получением высокопрозрачного материала. Практическую ценность демонстрируют керамические образцы $2\%\text{Yb:Sc}_2\text{O}_3$ с пропусканием 78% на длине волны 800 нм; генерация лазерного излучения с эффективностью 25% подтверждает перспективность использованных методов для изготовления активных лазерных материалов.

Результаты диссертационной работы Ключик О.Н. прошли широкую апробацию на 11 конференциях – 4 международных и 7 всероссийских и региональных. По теме диссертации опубликовано 5 статей в российских и зарубежных рецензируемых журналах.

При ознакомлении с материалами автореферата появился ряд замечаний и вопросов:

1. Автор утверждает (стр. 3 автореферата) что к началу выполнения данной работы сведения о применимости СВС для синтеза нанопорошков оксида скандия и систематических исследований процессов, протекающих при взаимодействии окислителя и горючего в процессе синтеза, так и влияния состава прекурсора на морфологические свойства и кристаллическую структуру нанопорошков Sc_2O_3 . Не совсем верно. Оксид скандия принадлежит группе РЗЭ и обладает типичными для оксидов РЗЭ характеристиками процесса получения в реакциях горения, точнее, в реакциях Solution Combustion Synthesis (Alexander S. Mukasyan, Paul Epstein, Peter Dinka. Solution combustion synthesis of nanomaterials. Proceedings of the Combustion Institute 31 (2007) 1789–1795. doi:10.1016/j.proci.2006.07.052). Свойства нанопорошков оксидов РЗЭ, получаемых в реакциях растворов нитратов с органическим топливом-комплексом, описание процессов горения описаны, например в публикациях: Wei Wang et al. Broadening emission band of Yb:LuScO₃ transparent ceramics for ultrashort pulse laser, doi: 10.1111/JACE.17945; Cheng Peng, Zhen Zhang. Nitrate-citrate combustion synthesis of $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-x/2}$ powder and its characterization. Ceramics International. 33 (2007) 1133–1136. doi:10.1016/j.ceramint.2006.03.004; Lingling Xu et al. Effects of sucrose concentration on morphology and luminescence performance of $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{:Eu}$ nanocrystals. Journal of Alloys and Compounds 460 (2008) 524–528; doi:10.1016/j.jallcom.2007.05.107; Robert Ianoş et al. Characteristics of Y_2O_3 powders prepared by solution combustion synthesis in the light of a new thermodynamic approach. Ceramics International. 40 (2014) 12207–12211. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.04.062> и др.

2. На стр.6. диссертант указывает, что «инициирование самораспространяющегося синтеза происходит при температуре одновременного разложения окислителя (нитрата скандия) и горючего (глицина, уксусной кислоты и ацетилацетона)». Но ни в тексте автореферата, ни в тексте диссертации нет указания на наличие в исходных растворах кислот, не указаны pH раствора. Более того, в автореферате Перминов Д.А «Получение особо чистых нанопорошков оксида иттрия методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза» на стр.7. указано: «Продуктом взаимодействия Y_2O_3 со смесью кислот являются хелатные ацетатонитратные комплексы иттрия: $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot x(\text{CH}_3\text{COO})_3(1-x) \cdot \text{aq}$ ». Именно формирование хелатных комплексов, содержащих ацетат и нитрат-ионы и обеспечивает одновременное, совместное разложение с нейтрализацией азота. Это главная особенность метода.

3. стр.9. Иллюстрация изменения адиабатической температуры горения для трех прекурсоров была бы более ясна и информативна, если бы автор использовала в качестве независимой переменной ϕ , т.е. отклонение содержания топлива от стехиометрического отношения $\text{топливо/окислитель} = \phi = 1$.

4. стр.11. В подписи к рис.2. следовало указать стехиометрический состав двойных солей с уксусной кислотой и ацетилацетоном и соотношение нитрата скандия/глицин, а также для всех четырех рисунков привести одинаковый диапазон температур.

5. В реакциях горения из раствора (SCS) режим горения при эквивалентном соотношении окислитель/топливо окислительно - восстановительная реакция протекает в режиме объемного горения. Для синтеза оксидов РЗЭ с энергичным восстановителем, например,

глицином, это может привести к выносу целевого материала из реактора. Были потери продукта при синтезе? Какие меры для их предотвращения были приняты?

Сделанные замечания не снижают достоинств диссертации. Диссертационная работа Ключик Оксаны Николаевны на тему «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нанопорошков оксида скандия для оптической керамики», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1 – «Неорганическая химия» полностью соответствует требованиям п.9 «Положение о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1 – Неорганическая химия.

Член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник Института химии твердого тела УрО РАН (ИХТТ УрО РАН)



Бамбуров Виталий Григорьевич

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук (ИХТТ УрО РАН), 620049, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91, тел (343) 374-59-52,
e-mail: bam@ihim.uran.ru.

Подпись член-корреспондента РАН, главного научного сотрудника ИХТТ УрО РАН, Бамбурова В.Г. подтверждаю:

Ученый секретарь ИХТТ УрО РАН, к.х.н.



Липина Ольга Андреевна

Я, Бамбуров Виталий Григорьевич, согласен на автоматизированную обработку персональных данных, приведенных в этом документе



26.09.2024