

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Трусова Германа Валентиновича «Научные основы высокотемпературного синтеза наноструктурированных микросфер Ni из реакционных аэрозолей и создания высокопористых материалов путем искрового плазменного спекания микросфер», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества»

### **Актуальность темы диссертационной работы.**

В настоящее время наноструктурированные порошковые материалы широко востребованы и активно применяются во многих областях. Известно множество способов их получения. Одним из них является метод пиролиза аэрозолей. К сожалению, крайне низкая производительность этого метода ограничивает его применимость. Настоящая работа направлена на совершенствование способа получения наноструктурированных сферических порошков путем совмещения пиролиза аэрозолей с синтезом горением растворов. Кроме того, диссертант предлагает способ консолидации получаемых микросфер методом искрового плазменного спекания. Таким образом актуальность выполненной автором работы не вызывает сомнений.

### **Структура и основное содержание работы.**

Диссертационная работа изложена на 168 страницах. Литературный обзор отличается глубиной погруженности диссертанта в решаемую проблему. Проанализировано более двухсот работ, благодаря этому диссертанту удалось грамотно сформулировать задачи исследования и спланировать круг экспериментов для успешного решения их. Более десяти методик диссертант использовал при проведении исследований: растровая и просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения, динамический рентгенофазовый анализ, ИК спектроскопия, термоаналитические методы и др.

Во введении обосновывается актуальность исследования, сформулирована цель работы и задачи, решение которых направлено на достижение поставленной цели. Отражена научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

Глава 1 посвящена анализу литературы. Рассмотрены способы синтеза нанопорошков, проведен сравнительный анализ преимуществ и недостатков каждого из них. Достаточно подробно проанализирован способ горения растворов, который явился составной частью предложенного диссертантом усовершенствованного метода получения сферических порошков. Подробно рассмотрены параметры процесса, влияющие на структуру, морфологию и размер синтезируемого материала. Проведена оценка перспективности практического использования материала, получаемого по предлагаемому автором способу.

Глава 2 посвящена описанию экспериментальных методик получения прекурсоров, синтеза сферических порошков, исследования функциональных свойств компактов из таких сфер.

Глава 3 посвящена подробному изложению экспериментальных исследований, направленных на изучение закономерностей формирования микрочастиц в трубчатом проточном реакторе. Исследовано влияние соотношения горючее/окислитель, концентрации реагентов, температуры и атмосферы газа-носителя на фазовый состав, размер кристаллитов, диаметр микросфер, образующихся в процессе пиролиза и горения реакционных аэрозолей. Установлены соотношения горючее/окислитель, при котором происходит формирование металлических сфер.

Глава 4 посвящена всестороннему изучению механизма формирования полых микросфер. Особый интерес представляют эксперименты по исследованию эволюция наноструктуры микросферы реакционного геля в процессе нагрева в просвечивающем электронном микроскопе. Методами дифференциальной сканирующей калориметрии и масс-спектропии исследован механизм пиролиза реакционного геля; с помощью динамической рентгенографии определена динамика образования кристаллических фаз продуктов реакции *in situ* в волне горения частиц реакционного геля. На основании полученных результатов разработана новая макрокинетическая модель формирования полых микросфер из частиц геля.

Глава 5 посвящена поиску возможностей практического использования синтезированных сфер и консолидированного из них материала. Для этого автором выполнен комплекс исследования функциональных свойств: изучена способность поглощать электромагнитное излучение, исследованы конверсия и селективность разложения этанола и др.

#### **Научная новизна.**

1. Впервые определено влияние соотношения горючее/окислитель, концентрации реагентов, температуры и атмосферы газа-носителя на фазовый состав, размер кристаллитов, диаметр микросфер, образующихся в процессе пиролиза и горения реакционных аэрозолей. Показано, в частности, что полые микросферы Ni с наноструктурированными оболочками формируются при температуре выше 500°C и соотношении горючее/окислитель  $\geq 2$  в неокислительной атмосфере (Ar, N<sub>2</sub>).
2. Впервые исследованы микроструктура и атомно-кристаллическая структура реакционного геля, образующегося из водного раствора нитрата никеля и глицина.
3. Исследован механизм пиролиза реакционного геля методами ДСК и МС; с помощью динамической рентгенографии определена динамика образования кристаллических фаз продуктов реакции *in situ* в волне горения частиц реакционного геля. На основании полученных результатов разработана новая макрокинетическая модель формирования полых микросфер из частиц геля.

#### **Практическая значимость.**

Разработан и запатентован модифицированный одностадийный метод синтеза полых металлических микросфер никеля Ni комбинацией методов горения растворов и

пиролиза аэрозолей. Микросферы и образцы, полученные из них, могут быть применены для изготовления защитных экранов от СВЧ излучения в диапазоне 1-15 ГГц, служить катализаторами с высокой активностью, селективностью и стабильностью.

### **Достоверность результатов.**

Комплексный подход к решению поставленных в работе задач с использованием современных экспериментальных методик, использование в работе таких инструментов как просвечивающая и растровая электронная микроскопия, динамический рентген, масс – спектроскопия, сопоставление результатов, полученных разными методами, несомненно свидетельствуют о достоверности полученных результатов.

Автореферат и публикации в высокорейтинговых журналах полностью отражают содержание диссертации.

### **Замечания по диссертационной работе:**

- 1) В результате оценки прочности отдельных микросфер на просвечивающем микроскопе «...были сделаны объективные выводы, что наибольшей прочностью обладают целые микросферы, не имеющие трещин и других дефектов. Если же в процессе приготовления образцов (например, при выделении отдельной микросферы для испытаний) полая микросфера получала микроповреждения в виде трещин, отрыва участков стенки и т.п., ее прочность резко падала. Это обстоятельство необходимо учитывать при подготовке порошка микросфер для спекания». Возникает вопрос по поводу того, каким образом предлагается проводить отбраковку дефектных сфер? Целесообразность проведения такого интересного, но малополезного эксперимента вызывает вопрос.
- 2) В работе отсутствует обоснование по выбору исходных компонентов геля. Почему в качестве восстановителя выбран глицин? в чем его преимущества.
- 3) Следует обратить внимание на нарушение последовательности в изложении материала.  
Так на стр. 129 приведен вывод о механизме разрушения спеченного образца. При этом описание и иллюстрация этого можно наблюдать на рис. 5.9, расположенном на стр. 144.
- 4) Автор неоднократно в тексте упоминает о высокой активности нанопорошка никеля. Следует предположить, что получаемый порошок имеет достаточно высокий процент кислорода на поверхности частиц в виде окисной пленки. Однако такая оценка не была проведена.
- 5) На рис. 5.2 приведены результаты по конверсии этанола. Так при температуре 250 - 300 °С нанопорошок никеля демонстрирует более высокие показатели по сравнению со сферами. Чем это объяснить? Может быть недостаточной проницаемость пористого образца. Высокая пористость материала не гарантирует высокой проницаемости. Важна открытая пористость. Однако оценка открытой пористости не проводилась.
- 6) На рис 5.7 на графике напряжение-деформация напряжения деформации указаны в ГПа, а в тексте в МПа.

- 7) «Значения прочности вычислялись из наклона полученной кривой напряжение-деформация с помощью программы Microsoft Excel 2013». Это неверно! По наклону кривой нагружения вычисляется модуль упругости.

Сделанные замечания не меняют общей научной значимости работы и практической полезности полученных результатов.

### Общая оценка диссертационной работы.

Диссертация Трусова Германа Валентиновича представляет собой законченный научный труд, заключающий в себя обширный экспериментальный материал и его тщательный анализ. Оценивая данную диссертацию в целом следует отметить, что в ней был получен ряд принципиально важных и новых результатов, сформулированы и обоснованы научные положения и выводы, которые позволяют прояснить сложный механизм формирования наноструктурированных сферических полых микросфер в процессе пиролиза гелей, совмещенного с горением растворов.

По актуальности, научной новизне объему полученных результатов и практической значимости диссертационная работа «Научные основы высокотемпературного синтеза наноструктурированных микросфер Ni из реакционных аэрозолей и создания высокопористых материалов путем искрового плазменного спекания микросфер» соответствует пункту 9 Положения о присуждении ученых степеней ВАК РФ, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», а ее автор Трусов Герман Валентинович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук.

Кандидат физико-математических наук, специальность 01.04.07

ведущий научный сотрудник лаборатории «Физикохимия поверхности и ультрадисперсных материалов». Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

119334. г. Москва, Ленинский проспект, д. 49

e-mail: zelensky55@bk.ru

 Зеленский Виктор Александрович

«05» 06. 2023 г.

Подпись Зеленского В.А. «Удостоверяю»

Заместитель директора ИМЕТ РАН по научной работе

Д.Т.Н.

 Юсупов В.С.

