

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«СПЕЦИАЛЬНОЕ КОНСТРУКТОРСКО-
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ БЮРО «ТЕХНОЛОГ»
(ФГУП «СКТБ «Технолог»)

192076, Санкт-Петербург, Советский пр., 33-а
Тел.: (812) 700-23-10, факс: (812) 700-36-37, (812) 700-38-18
Электронная почта: technolog@nevsky.net
ИНН 7811000580 / КПП 781101001

№ _____

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы

Волкова Дмитрия Сергеевича «Комплексные подходы к характеристике наноалмазов детонационного синтеза и их коллоидных растворов», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия и 02.00.04 – физическая химия

Последние 15 – 20 лет непрерывно нарастает интерес к углеродным наноматериалам, в основном, к детонационным наноалмазам (ДНА), нанотрубкам, графену. Они являются активными наполнителями полимеров, гальванических покрытий, масляных композиций, биоактивными веществами.

Все более возрастающее промышленное производство отличающихся по свойствам ДНА вызывает необходимость разработки унифицированных методов анализа, приемлемой для производителя сертификации продукта, сопряженности результатов анализа со свойствами разных по качеству ДНА.

Таким образом, выявление основных параметров характеристики ДНА, позволяющих адекватно оценить их различие и перспективы использования, является актуальной задачей аналитической химии и настоящей работы.

Целью диссертационной работы является разработка аналитических методов определения качества ДНА, основанных на комплексном подходе с использованием современной приборной базы и позволяющих надежно отличать качественно и количественно материалы друг от друга.

К достижениям работы, обладающим научной новизной, относятся: разработка соискателем по сути нового эффективного для ДНА метода прямого определения элементного состава примесей с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Данный метод впервые позволил определить до 68 элементов в ДНА. Также разработан способ прямого пиролизического определения Hg методом атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Определено влияние направленной химической модификации поверхности

ДНА на вид и местоположение полос поглощения в ИК-спектрах. Совместное использование методов дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с рентгеновской дифрактометрией (РД), спектроскопией динамического светорассеяния (ДСР) и просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) позволяет установить корреляцию между размерами кристаллитов и кластеров в коллоидных растворах ДНА. Соискателем установлено, что седиментационная и агрегативная устойчивость водных дисперсий промышленно выпускаемых наноалмазов (21 образец) слабо коррелирует с первичным размером кристаллитов. Впервые показано, что воздействие на разные марки наноалмазов сильных кислот-окислителей в одинаковых условиях не приводит к образованию поверхности с одинаковым качественным и количественным составом функциональных групп.

Практическая значимость работы заключается.

- в использовании удобного комплексного анализа промышленно производимых ДНА на основе совместного применения доступных аналитических методов: многоэлементного анализа ИСП-АЭС, ИК-спектроскопии, ДСК, ДСР и измерения дзета-потенциала и РД;

- предложены простые и воспроизводимые условия пробоподготовки;

- проведено определение ртути в выборке промышленно выпускаемых образцов ДНА;

- показано, что все марки ДНА характеризуются индивидуальным и разнообразным микроэлементным примесным составом.

Достоверность полученных результатов обеспечивалась проведением исследований различными взаимодополняющими физическими и физико-химическими методами анализа на аттестованном оборудовании, воспроизводимостью анализов и использованием государственных стандартных образцов. Полученные данные обладают достаточной полнотой, а их интерпретация базируется на современных достижениях науки о наноматериалах.

Апробация работы была осуществлена на множестве международных и отечественных конференций и семинаров.

По материалам диссертации опубликовано 6 работ в рецензируемых российских и международных изданиях из списка ВАК.

Личный вклад соискателя. Соискатель продемонстрировал высокий профессионализм при работе с разнообразным и сложным оборудованием, умение правильно ставить задачи и убедительно интерпретировать полученные результаты.

К числу незначительных недостатков автореферата можно отнести следующее:

- на стр.2 автореферата даны 2 границы определяемости таких элементов как As, Ge, Se, Tl (1 и 10 мкг/г);

- стр.5, табл.1, строго говоря, "PlasmaChemGmbH", Германия и "NanoCarbon Research Institute Co., Ltd" . Япония производителями ДНА не являются, они производят конечную обработку ДНА других производителей:

- на стр. 9 указано, что ДНА на 95-98% состоят из углерода – верхняя граница вряд ли соответствует действительности, в ДНА в среднем находится 2,5% азота в узлах или межузельном пространстве кристаллической решетки;

- стр.9 и 10. к числу нехарактерных элементов отнести Y, Hf, Zr и Hg нельзя. Первые три элемента присутствуют только в продукции “NanoCarbon Research Institute Co., Ltd”, и это связано с тем, что на данном предприятии дробление ДНА производят одномикронными шариками ZrO₂, а примесями к Zr являются Y и Hf. Что касается Hg, то многопорядковое превышение ртути наблюдается в бийских образцах из-за использования при подрыве ВВ капсулей-детонаторов с ртутьсодержащими производными.

- на стр.13 указано, что в литературе отсутствуют сравнительные данные по ИК-спектрам ДНА. Это не так. В работе авторов В. Ю. Долматов, И. И. Кулакова, V. Myllymaki, A. Vehanen, A. H. Панова, А. А. Возняковский «Инфракрасные спектры детонационных наноатмазов, модифицированных во время синтеза» (*Сверхтвердые материалы*, 2014, № 5, с 61-69) дано сопоставление и интерпретация ИК-спектров 14-ти образцов ДНА, полученных в различных условиях.

- на стр.14 недостаточно интерпретированы ИК-спектры исследуемых ДНА. Есть большие сомнения, что ИК-спектроскопия «без расшивки» может служить простым, эффективным и, главное, надежным методом паспортизации различных марок ДНА.

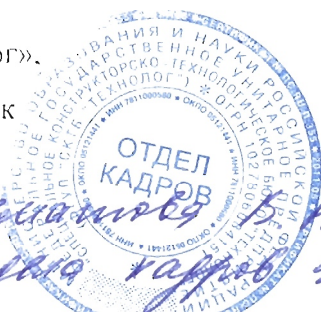
- на стр.17 не указана температура кислотной обработки ДНА.

Тем не менее, указанные недостатки несколько не умаляют высокое качество выполненной работы.

Автореферат Волкова Д.С. обладает внутренним единством, полностью соответствует диссертации, содержит принципиально новые научные результаты по аналитической и физической химии.

Оформление автореферата соответствует требованиям, установленным Высшей аттестационной комиссией Министерства образования и науки. Автореферат отвечает всем требованиям пп.7 и 8 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» от 20 июня 2011 г. № 475, а автор Волков Дмитрий Сергеевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия и 02.00.04 – физическая химия.

Заместитель директора
по наноматериалам
ФГУП «СКТБ «Технолог»,
доктор технических наук



В.Ю.Долматов

Людмила Долматова
Инженер отдела кадров
15.04.2015

Я подтверждаю
Людмила