

**Отзыв официального оппонента**  
**на диссертационную работу Татьяны Александровны Помеловой «Получение и**  
**исследование наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов», представленную**  
**на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности**  
**02.00.01 – Неорганическая химия**

**Актуальность темы диссертации.**

Диссертационная работа Помеловой Т.А. посвящена разработке методов синтеза наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов методом жидкостной эксфолиации при воздействии ультразвука на суспензию исходных веществ в неводных средах и исследованию физико-химических свойств полученных дисперсий и осажденных из них тонких пленок. Учитывая, что наноразмерные частицы слоистых халькогенидов лантаноидов обладают рядом интересных оптических и магнитных свойств и могут представлять интерес в качестве материалов для получения функциональных устройств, можно говорить об **актуальности** темы диссертационного исследования Помеловой Т.А.

**Новизна исследования и полученных результатов**

1. Впервые синтезированы халькогениды  $KLn_2CuS_6$  ( $Ln=Pr, Nd, Sm$ ) и  $CsPr_2CuS_6$ , выращены монокристаллы этих соединений и определена их структура. Впервые получены кристаллы и определены структуры соединений  $LaTe_3$ ,  $HoTe_3$ ,  $RLaCuS_6$ .
2. Впервые показано, что ультразвуковая обработка слоистых халькогенидов  $LnTe_3$  ( $Ln - La, Ho$ ),  $KLnS_2$  ( $Ln - La, Ce, Gd, Yb, Lu$ ),  $KLnCuS_6$  ( $Ln - La, Ce, Pr, Nd, Sm$ ) в некоторых неводных растворителях приводит к образованию устойчивых в течение достаточно длительного времени коллоидных растворов.
3. Впервые получены нанопластины халькогенидов лантаноидов состава  $LnTe_3$  ( $Ln - La, Ho$ ),  $KLnS_2$  ( $Ln - La, Ce, Gd, Yb, Lu$ ),  $KLnCuS_6$  ( $Ln - La, Ce, Pr, Nd, Sm$ ), измерена их толщина (2-20 нм) и латеральные размеры (50-600 нм).

**Практическая значимость результатов работы**

1. Полученные в работе сведения по синтезу халькогенидов лантаноидов и получению на их основе наноразмерных частиц могут быть использованы для получения новых материалов на их основе.

ИНХ СО РАН  
ВХ.М 15325-92  
ОТ  
25.01.19

2. предложенный метод синтеза полисульфидов щелочных металлов при взаимодействии их карбонатов с газовой сульфидирующей смесью, полученной при разложении роданида аммония, представляет интерес для препаративного метода синтеза этих веществ.

#### **Достоверность полученных результатов**

Достоверность полученных результатов основана на репрезентативности полученных данных, соответствии экспериментальных данных имеющимся литературным данным, а также на воспроизводимости экспериментальных данных.

#### **Структура диссертации**

Диссертация состоит из введения, 3 глав, заключения, выводов и списка литературы. Общий объем диссертации составляет 122 страницы, включая 38 рисунок, 21 таблиц. Список цитируемой литературы содержит 173 источников.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи диссертации, научная новизна, практическая значимость работы, приведены защищаемые положения, отражена апробация работы и публикации, отражен личный вклад соискателя.

В литературном обзоре, состоящем из 3 разделов, рассмотрены работы, посвященные синтезу и свойствам наночастиц халькогенидов лантаноидов, методам жидкофазной эксфолиации, а также структурным характеристикам халькогенидов лантаноидов, имеющих слоистое строение. В экспериментальной части приведены характеристики используемых материалов и методы синтеза исходных халькогенидов, а также методы получения кристаллов и коллоидных суспензий, методы исследования суспензий и наночастиц. В первом разделе третьей главе приведено обоснование выбора слоистых халькогенидов лантаноидов, основанное на существовании изоструктурных аналогов для разных лантаноидов, а также наличии методик, позволяющих получать необходимые вещества в препаративных количествах. Кроме того, при выборе диспергирующих жидких фаз предварительно исследовалась возможность получения устойчивых дисперсий слоистых халькогенидов лантаноидов без химических превращений диспергируемых веществ. Во втором разделе третьей главы рассмотрен синтез  $\text{LnTe}_3$  ( $\text{Ln} - \text{La}, \text{Ho}$ ), исследована структура этих соединений, обсуждены условия получения и устойчивости коллоидных растворов этих соединений, исследованы характеристики полученных наночастиц и их пленок. В третьем разделе приведена методика синтеза  $\text{KLnS}_2$  ( $\text{Ln} - \text{La}, \text{Ce}, \text{Gd}, \text{Yb}, \text{Lu}$ ), обсуждены условия получения коллоидных растворов, исследованы характеристики полученных наночастиц и их

пленок. В четвертом разделе главы приведены условия синтеза  $\text{KLnCuS}_6$  ( $\text{Ln} - \text{La, Ce, Pr, Nd, Sm}$ ), определена структура синтезированных монокристаллов этих соединений, а также исследованы их оптические и магнитные свойства, обсуждены условия получения коллоидных растворов, исследованы характеристики полученных наночастиц и их пленок. В пятом разделе третьей главы обсуждены люминесцентные свойства пленок  $\text{KLaS}_2$ , допированных  $\text{Tb, Sm, Eu}$ .

В заключении отмечается, что наиболее приемлемой диспергирующей средой для эксфолиации является изопропанол, использование которого позволило получить устойчивые коллоидные растворы соединений состава  $\text{LnTe}_3$  ( $\text{Ln} - \text{La, Ho}$ ),  $\text{KLnS}_2$  ( $\text{Ln} - \text{La, Ce, Gd, Yb, Lu}$ ),  $\text{KLnCuS}_6$  ( $\text{Ln} - \text{La, Ce, Pr, Nd, Sm}$ ) с толщиной наночастиц от 2 до 20 нм и латеральными размерами от 50 до 600 нм.

По диссертации имеются следующие замечания:

1. Следовало бы привести более подробную формулировку вывода 1.
2. Аналогичное замечание относится к выводу 2.
3. В диссертации имеется ряд неудачных выражений. Так, на стр.12. фразу «широкое применение в сферах катализа [6], магнитных [7] и оптических материалов [8]» целесообразно было бы заменить на «широкое применение в катализе [6], для получения функциональных магнитных [7] и оптических материалов [8]». На этой же странице фразу «для исключения протекания побочных реакций получения кислородсодержащих продуктов» желательно заменить на «для исключения реакций окисления наночастиц халькогенидов лантаноидов». Представляется неудачной фраза «... минимизируется энергетическая цена смешивания», приведенная на стр.28.
4. Есть претензии к качеству некоторых рисунков (рис.24, рис.28).
5. Нет ссылки на работу, посвященную получению наночастиц сульфида церия, стабилизированных в полимерной матрице, образованной при полимеризации антралиловой кислоты (Стр. 15).

Сделанные замечания не опровергают основные защищаемые положения и выводы диссертации.

### **Заключение**

Диссертация Помеловой Татьяны Александровны «Получение и исследование наночастиц слоистых халькогенидов лантаноидов», является законченным научно-исследовательским трудом, выполненным автором самостоятельно на высоком научном уровне. В работе приведены научные результаты, вносящие существенный вклад в разработку методов синтеза наноразмерных частиц слоистых халькогенидов лантаноидов

методом жидкостной эксфолиации. Полученные автором результаты достоверны, выводы и заключения обоснованы. По работе в целом сделаны четкие выводы. Диссертация написана ясным языком. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации. Результаты работы докладывались на российских и международных конференциях по тематике исследования, опубликованы в рецензируемых журналах, входящих в международные базы данных Web of Science и Scopus.

Диссертационная работа Татьяны Александровны Помеловой соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия», и является научно-квалификационной работой, в которой содержатся новые научно-обоснованные решения поставленных задач, подтверждающих квалификацию аспиранта. По объему полученных данных и результатам представленная работа соответствует требованиям П.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г №842 и требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук. Соискатель, Татьяна Александровна Помелова, заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 – «Неорганическая химия».

Доктор химических наук, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией интеркаляционных и механохимических реакций Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук

Виталий Петрович Исупов

Почтовый адрес: 630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, ФГБУН ИХТТМ СО РАН

Тел: (383) 233-24-10, доб. 11-07, E-mail: isupov@solid.nsc.ru

Подпись Исупова В.П. заверяю

Ученый секретарь ИХТТМ СО РАН, д.х.н.

Шахтшнейдер Т.П.

“22” января 2019 года