

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

экспертной комиссии диссертационного совета Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН по кандидатской диссертации **ИВАНОВОЙ Марии Николаевны «ХАЛЬКОГЕНИДЫ ВАНАДИЯ, НИОБИЯ И МОЛИБДЕНА С ЦЕПОЧЕЧНОЙ И СЛОИСТОЙ СТРУКТУРАМИ: УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ЖИДКОФАЗНОЕ ДИСПЕРГИРОВАНИЕ ОБЪЕМНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОК И НАНОКОМПОЗИТОВ»**

Комиссия диссертационного совета Д 003.051.01 на базе ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН в составе:

председателя — доктора химических наук **Наумова Николая Геннадьевича**, членов комиссии — доктора химических наук **Басовой Тамары Валерьевны** и доктора физико-математических наук **Окотруба Александра Владимировича**, в соответствии с п. 31 Положения о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, утвержденного приказом Минобрнауки России от 10 ноября 2017 г. № 1093, на основании ознакомления с кандидатской диссертацией **Ивановой Марии Николаевны** и состоявшегося обсуждения приняла **следующее заключение:**

1. Соискатель ученой степени кандидата химических наук соответствует требованиям пп. 2-4 Положения о порядке присуждения ученых степеней (утв. Постановлением Правительства России от 24.02.2013 г. № 842), необходимым для допуска его диссертации к защите.
2. Диссертация на тему «Халькогениды ванадия, ниобия и молибдена с цепочечной и слоистой структурами: ультразвуковое жидкофазное диспергирование объемных образцов, получение пленок и нанокomпозитов» в полной мере соответствует специальности 02.00.01 – неорганическая химия, к защите по которой представлена работа.
3. Основные положения и выводы диссертационного исследования отражены в семи статьях, опубликованных **Ивановой Марией Николаевной** в международных и российских рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ и индексируемых в международной системе научного цитирования Web of Science, а также в тезисах десяти докладов на российских и зарубежных научных конференциях. Представленные соискателем сведения об опубликованных им работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны.
4. Оригинальность текста диссертации составляет 90 %; цитирование оформлено корректно по всему тексту; заимствованного материала, использованного в диссертации без ссылки на автора, либо источник заимствования, не обнаружено; научных работ, выполненных соискателем ученой степени в соавторстве, без ссылок на соавторов, не выявлено.

5. В диссертационной работе представлены результаты исследования халькогенидов ванадия, ниобия и молибдена со слоистой и цепочечной структурами, изучения их свойств в коллоидном состоянии, получения пленочных материалов и композитов на их основе.

Автором уточнены условия синтеза объемных образцов  $VS_4$ ,  $Mo_2S_3$ ,  $Nb_2Se_3$  и  $Nb_{1,33}Se_2$ : соотношения и количества реагентов, температура и время ампульных синтезов, а также продемонстрирована в случае  $Nb_2Se_3$  необходимость закаливания ампул. Экспериментально и с привлечением квантово-химических расчетов исследовано фазовое превращение полуторного селенида ниобия  $Nb_2Se_3$  в изостехиометрическое соединение  $Nb_{1,33}Se_2$ , представляющее собой интеркалят на основе структуры  $NbSe_2$ .

Впервые проведено диспергирование  $VS_4$  и  $Mo_2S_3$ . Разработаны методики получения коллоидов  $VS_4$ , имеющего цепочечную структуру, и  $Mo_2S_3$ , состоящего из ковалентно сшитых слоев, при этом частицы в коллоидах имеют морфологию наностержней (длина 200-600 нм и толщина 10-100 нм) и наноллистов (размеры в плоскости 100-400 нм и толщина 5-30 нм), соответственно. В случае  $Mo_2S_3$  экспериментальные данные согласуются с результатами квантово-химических расчетов о наиболее предпочтительном направлении разрезания структуры вдоль кристаллографических плоскостей  $(\bar{1}01)$ .

Обнаружено, что  $VS_4$  и  $Mo_2S_3$  сохраняют фазовую идентичность при переходе в коллоидное состояние. В случае  $VS_4$  наиболее подходящими средами для диспергирования являются изопропанол (достигнута концентрация  $316 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$ ) и водно-этанольная смесь (1:1 по объему) ( $219 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$ ), в случае  $Mo_2S_3$  – ДМСО ( $130 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$ ), а также водно-этанольная смесь (1:1 по объему) и N-метилпирролидон ( $70 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$ ). Согласно полученным данным, метод жидкофазного диспергирования не подходит для получения наночастиц  $Nb_2Se_3$ , поскольку осадки, выделенные из дисперсий, содержат примеси, в том числе элементарного селена и селенидов ниобия другой стехиометрии.

На примере коллоидов  $MoS_2$  показано, что с помощью последовательного центрифугирования можно выделить узкую по размерам фракцию частиц. Разработана методика получения коллоидов, содержащих наноллисты  $MoS_2$  со средними размерами в плоскости 160 нм и толщинами 8 нм, при этом удается сузить распределение гидродинамических диаметров частиц в  $\sim 1,5$  раза по сравнению с изначальным (границы распределения меняются от  $\sim 100$ – $400$  нм до  $60$ – $240$  нм, ФКС, мономодальный анализ).

Установлено, что электросопротивление пленок  $Mo_2S_3$ , полученных фильтрованием, проявляет чувствительность к изменению состава газовой среды (пары воды, ацетона, этанола и ДМСО).

Коллоиды халькогенидов переходных металлов могут быть использованы для получения нанокompозитов, что продемонстрировано на примере нанесения наночастиц Au, Ag,  $Ag_2S$  на коллоидные частицы. Найдено, что при осаждении серебра на поверхность сульфидов металлов в случае носителей, содержащих только сульфидные  $S^{2-}$  ионы ( $MoS_2$ ,  $Mo_2S_3$ )

стабилизируются наночастицы Ag, а в случае носителей, содержащих дисульфидные  $S_2^{2-}$  ионы ( $NbS_3$ ,  $VS_4$ ) образуются наночастицы сульфида серебра  $Ag_2S$ . На осаждение наночастиц золота дисульфидные группы не оказывают влияния.

**Комиссия рекомендует:**

1. Принять к защите на диссертационном совете Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН кандидатскую диссертацию **Ивановой Марии Николаевны** «Халькогениды ванадия, ниобия и молибдена с цепочечной и слоистой структурами: ультразвуковое жидкофазное диспергирование объемных образцов, получение пленок и нанокomпозитов».
2. Утвердить официальными оппонентами:
  - Сайкову Светлану Васильевну, доктора химических наук, доцента, профессора Кафедры физической и неорганической химии ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», г. Красноярск
  - Фурсову Елену Юрьевну, доктора химических наук, ведущего научного сотрудника Лаборатории многоспиновых координационных соединений ФГБУН Институт «Международный томографический центр», г. Новосибирск
3. Утвердить в качестве ведущей организации ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»

  
д. х. н. **Наумов Николай Геннадьевич**

  
д. х. н. **Басова Тамара Валерьевна**

  
д. ф.-м. н. **Окотруб Александр Владимирович**

Подпись Наумов Н.Г., Басова Т.В., Окотруб А.В.  
заверяю Герасько О.А.  
Ученый секретарь ИНХ СО РАН  
" 05 " 02 2021 г.

