

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию **Якупова Романа Павловича**
«Синтез волокон никель-цинковых ферритов и влияние их состава на
структуру, оптические, магнитные и фотокаталитические свойства»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по
специальности 1.4.1. Неорганическая химия

Актуальность темы

Диссертационная работа Якупова Р.П. посвящена одному из актуальных направлений современной неорганической химии – разработке методов синтеза и исследованию свойств неорганических материалов с заданными функциональными характеристиками. Никель-цинковые ферриты, обладающие уникальным сочетанием магнитных и полупроводниковых свойств, являются перспективными материалами для различных областей техники, включая электронику, сенсорику и фотокатализ. Особый интерес представляет синтез ферритных материалов в виде волокон с использованием метода электроформования, позволяющий получать материалы с высокой удельной поверхностью, развитой пористой структурой и анизотропией свойств, что важно для улучшения их функциональных свойств. Целью работы являлось установление закономерностей влияния катионного состава на структуру, оптические, магнитные и фотокаталитические свойства волокон никель-цинковых ферритов, полученных методом электроформования. Установление корреляций «состав – структура – свойство» для таких систем представляет фундаментальный интерес и имеет прикладное значение, что и определяет актуальность представленной работы.

Общая характеристика работы

Диссертационная работа выполнена на кафедре общей, неорганической химии и информационно-вычислительных технологий в химии факультета химии и высоких технологий ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет». Материал изложен на 154 страницах печатного текста, содержит 57 рисунков, 8 таблиц, список литературы из 188 наименований и Приложение.

Во введении изложена актуальность темы исследования, определены цели и задачи работы, показана научная новизна результатов исследования, представлена теоретическая и практическая значимость работы, приведены сведения о личном вкладе автора и достоверности полученных результатов, а также сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен литературный обзор по тематике диссертационного исследования, в том числе проанализированы сведения о структуре и свойствах ферритов шпинельного типа. Рассмотрены особенности кристаллической структуры и катионного распределения в системе $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$, их влияние на магнитные, оптические и фотокаталитические свойства, а также механизмы фотокаталитических процессов в оксидных полупроводниках. На основе анализа методов синтеза наноструктурированных ферритов сделан вывод о целесообразности синтеза волокон $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ методом электроформования с последующим отжигом, выбраны основные параметры синтеза.

Во второй главе описан способ синтеза волокон ферритов $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0.2; 0.4; 0.5; 0.6; 0.8; 1$); представлены описания методов исследований, таких как ТГ/ДСК, РФА, СЭМ, инфракрасная и рамановская спектроскопии, спектроскопия диффузного отражения, вибрационная магнитометрия, турбидиметрия; приведены методики измерения оптических, фотокаталитических и кислотно-основных свойств синтезированных наноматериалов.

В третьей главе приведены и обсуждены результаты комплексного исследования влияния химического состава и морфологии волокон $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ на их структурные, магнитные, оптические и фотокаталитические свойства.

В заключении обобщены результаты исследований и сформулированы основные выводы.

Научная новизна работы не вызывает сомнений и заключается в следующем:

Автором разработана методика получения волокон шпинельных ферритов $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0.2; 0.4; 0.5; 0.6; 0.8; 1$) методом электроформования водных растворов поливинилового спирта с последующим отжигом, обеспечивающая формирование оксидных волокон с контролируемой морфологией и воспроизводимыми структурными характеристиками. Впервые проведено систематическое исследование волокон никель-цинковых ферритов состава $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0.2; 0.4; 0.5; 0.6; 0.8; 1$), полученных по этой методике, что позволило установить закономерности влияния катионного состава на параметры кристаллической структуры, магнитные характеристики, ширину запрещенной зоны и оптические свойства материалов. Установлено, что введение полимерной дисперсии в формовочный раствор позволяет целенаправленно формировать нанопористую морфологию поверхности волокон $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, сопровождающуюся изменением оптических характеристик и повышением фотокаталитической активности при сохранении магнитоуправляемости материала.

Достоверность и обоснованность результатов работы

Достоверность полученных результатов обеспечивается комплексным использованием набора взаимодополняющих современных методов исследования неорганических материалов (ТГ/ДСК, РФА, СЭМ, инфракрасная и рамановская спектроскопии, спектроскопия диффузного отражения, вибрационная магнитометрия, турбидиметрия) с применением высокотехнологичного оборудования, а также проведением фотокаталитических исследований в соответствии с их функциональным назначением. Экспериментальные данные получены на серии образцов с контролируемыми параметрами, что подтверждает статистическую значимость выводов. Полученные экспериментальные результаты (зависимости параметра решетки, магнитных моментов, ширин запрещенных зон от состава материала) коррелируют между собой и не противоречат фундаментальным представлениям неорганической химии и современным литературным данным. На основании полученных экспериментальных данных сделаны выводы о влиянии условий синтеза на свойства полученных волокон никель-цинковых ферритов.

Теоретическая значимость работы состоит в установлении закономерностей влияния катионного состава материалов $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ на

кристаллическую структуру, магнитные характеристики, параметры электронной структуры и фотокаталитическую активность волокон, полученных методом электроформования. Полученные данные расширяют представления о поведении никель-цинковых ферритов в форме волокон и позволяют проследить взаимосвязи между катионным распределением в подрешетках шпинели, их структурными характеристиками и функциональными свойствами. Определена область композиционного оптимума ($x = 0,4-0,6$), в которой реализуется наиболее благоприятное сочетание магнитных и фотокаталитических свойств. Показана взаимосвязь между морфологией поверхности, особенностями края оптического поглощения и фотокаталитической активностью материалов под действием видимого света. Это вносит вклад в понимание влияния состава и морфологии волокнистых ферритов на функциональные свойства.

Практическая значимость работы обусловлена разработкой методики получения магнитоуправляемых волокнистых фотокатализаторов очистки воды, что может быть использовано для промышленного их получения. Определены состав и способ модификации никель-цинкового феррита, обеспечивающие оптимальное сочетание высокой фотокаталитической активности и магнитных характеристик. Показана работоспособность материала в реальных условиях (проточный режим и система аквакультуры), что подтверждено актом внедрения.

В результате диссертационного исследования опубликованы 15 научных трудов, в том числе 3 статьи в рецензируемых научных журналах индексируемых в базах данных Scopus, Web of Science, 1 статье в рецензируемом научном журнале, входящем в ядро РИНЦ и RSCI. Результаты работы представлены на международных и всероссийских научных конференциях.

Выявленные закономерности получения волокнистых ферритов будут востребованы при создании новых функциональных материалов.

Работа выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне, содержит новые научные результаты и практические рекомендации. Автореферат и публикации полностью отражают основное содержание диссертации. Достоверность выводов не вызывает сомнений.

При этом в результате рассмотрения работы возник **ряд вопросов и замечаний:**

1. В разделе 2.3 описана оригинальная конструкция установки безыгольного электроформования. Однако не указаны требования к влажности воздуха во время проведения эксперимента. Для водных растворов поливинилового спирта этот параметр важен, так как влияет на скорость испарения растворителя, стабильность струи и, как следствие, может повлиять на диаметр и морфологию волокон. Автор в литературном обзоре (табл. 1.2) также отмечает влажность как важный параметр процесса, влияющий на морфологию волокон. Каким методом контролировали влажность? Проверяли ли воспроизводимость свойств получаемых на этой установке материалов?

2. Необходимо обосновать выбор температуры отжига прекурсорных волокон (600 °С). По ТГ/ДСК наблюдается завершение химических процессов при 400 °С

(рис. 3.2) для немодифицированного или 480 °С (рис. 3.28) для модифицированного $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Возможно ли проводить отжиг при 500 °С с сохранением функциональных свойств? Это позволит уменьшить энергопотребление синтеза.

3. В работе определяются значения ширины запрещенной зоны как для прямых, так и для непрямых переходов. На чем основан выбор модели для расчета (прямой или непрямой переход)? Пожалуйста, поясните, какой из типов переходов и почему наиболее подходит для данных материалов?

4. Для оценки фотокаталитических свойств в работе используется степень фотокаталитической деградации (D). Формула (2.9) для расчета через концентрации загрязнителя приведена на стр. 62, также на графиках обозначена ось. Однако по тексту встречается η , которое рассчитано по другой формуле (стр. 100), названо степенью разложения и, судя по тексту (стр. 104), считается автором торжественными степенями деградации. Для чего введены две величины для оценки разложения загрязнителя?

5. Почему для базовой серии $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ вы ограничились только степенью деградации, а для модифицированного образца провели кинетический анализ. Чем обоснован такой разный подход к постановке эксперимента и обработке данных? Чем обоснован выбор времени фотокатализа (210 мин) для базовой серии? И почему не были рассчитаны константы скоростей реакции?

6. Почему не включены данные по степени деградации для немодифицированного состава $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ в рис. 3.22 и обсуждение фотокаталитической активности волокон серии $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$, ведь именно $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ обосновано выбран автором как базовый для многих исследований (ТГ/ДСК, СЭМ, ИК и пр.)? С учетом того, что выявлена в работе область оптимума $x = 0.4-0.6$ для $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$, возможно данное обсуждение позволило бы выявить конкретный состав волокон с максимальной фотокаталитической активностью.

7. В работе встречаются технические ошибки и опечатки. Например, символом «D» обозначены степень фотокаталитической деградации (стр. 62, формула 2.9) и средний размер ОКР (стр. 57, формула 2.4); на СЭМ-изображениях масштаб указан очень мелко (рис. 3.7-3.9, 3.11); при обсуждении в тексте не дана ссылка на табл. 3.2 и пр.

Заключение

Диссертационная работа Якупова Романа Павловича «Синтез волокон никель-цинковых ферритов и влияние их состава на структуру, оптические, магнитные и фотокаталитические свойства» является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных исследований изложены новые научно-обоснованные данные, имеющие значение для создания новых функциональных неорганических материалов. Работа соответствует паспорту специальности 1.4.1. Неорганическая химия, а именно п. 1 «Фундаментальные основы получения объектов исследования неорганической химии и материалов на их основе», п. 5 «Взаимосвязь между составом, строением и свойствами неорганических соединений. Неорганические наноструктурированные материалы».

По представленным результатам и выводам, научной новизне, теоретической и практической значимости диссертационная работа «Синтез волокон никель-цинковых ферритов и влияние их состава на структуру, оптические, магнитные и фотокаталитические свойства» отвечает критериям Положения о присуждении учёных степеней (п.п. 9-11, 13, 14), а ее автор – Якупов Роман Павлович – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1. Неорганическая химия.

Официальный оппонент:

доктор технических наук (2.6.7. Технология неорганических веществ),
доцент, профессор кафедры общей и неорганической химии
химического факультета Федерального государственного автономного
образовательного учреждения «Южный федеральный университет».



Баян Екатерина Михайловна

17 августа 2026 г.

Адрес места работы: 344006, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, 105/42, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Южный федеральный университет».

Контактные данные: тел. +7(863)3051990, e-mail: ekbayan@sfsedu.ru.

Я, Баян Екатерина Михайловна, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.



Подпись Баян Екатерины Михайловны
заверяю:

Главный ученый секретарь



О.С. Мирошниченко