

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Лейбо Дениса Владимировича «Разработка метода получения и исследование физико-химических характеристик фазы $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ », представленной на соискание ученой степени по специальности 05.16.09 – Материаловедение (металлургия) и состоявшейся в НИТУ «МИСиС» 19 ноября 2019 г.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» 16.09.2019, протокол №11.

Диссертация выполнена на кафедре функциональных наносистем и высокотемпературных материалов федерального автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат технических наук Кузнецов Денис Валерьевич, заведующий кафедрой функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ «МИСиС»

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» (протокол № 11 от 16.09.2019) в составе:

1. Астахов Михаил Васильевич, д.х.н., профессор, заведующий кафедрой физической химии НИТУ «МИСиС»;
2. Жевненко Сергей Николаевич, д.ф.-м.н., доцент кафедры физической химии НИТУ «МИСиС»;
3. Конюхов Юрий Владимирович, д.т.н., доцент кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ «МИСиС»;
4. Князев Алексей Сергеевич, д.х.н., доцент, директор ООО «Инжиниринговый химико-технологический центр»;
5. Юрков Андрей Львович, д.т.н., ведущий научный сотрудник АО «Институт новых углеродных материалов и технологий».

В качестве ведущей организации утверждено федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук.

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- 1) Проведен сравнительный анализ существующих и перспективных методов получения многокомпонентных нитридных соединений на основе переходных металлов с целью выбора оптимальной методики синтеза нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$
- 2) С использованием современных методов, включающих рентгеновскую дифрактометрию, термогравиметрию, ИК-Фурье спектроскопию, сканирующую электронную микроскопию, газовую масс-спектрометрию проведено изучение физико-химических процессов, происходящих при формировании фазового состава и морфологии нитридных соединений в системе Ni-Mo-N. На основании экспериментальных данных предложена гипотеза о том, что тройной нитрид образуется в твёрдой фазе из нитрида молибдена и интерметаллида NiMo. Нитрид молибдена, в свою очередь образуется в результате восстановления оксида молибдена в присутствии азота. Предложенные схемы и

реакции образования тройного нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ согласуются с экспериментальными данными;

3) Проведён термодинамический расчёт реакции получения нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$. С этой целью для расчёта термодинамических функций нитрида была использована теория функционала плотности. Результаты термодинамических расчётов показали, что изменение стандартной энергии Гиббса реакции отрицательно в интервале температур от 298 до 1400 K;

4) Предложена новая методика синтеза нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ на основе восстановления комплексных азотсодержащих прекурсоров, которая отличается более высокой экономичностью и экологичностью по сравнению с используемыми в настоящее время физическими и химическими методами синтеза тройного нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

1) Установлена закономерность влияния исходного состава прекурсора на выход нитридной фазы, полученной методом восстановления комплексной соли;

2) Выявлены процессы формирования фазового состава и морфологии частиц, образующихся в ходе получения нитридных образцов методом азотирования оксидных прекурсоров;

3) С использованием теории функционала плотности проведён расчёт термодинамических функций нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$;

4) Определена каталитическая активность нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ в реакции разложения аммиака.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

1) Предложена оригинальная методика синтеза фазы $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ путем восстановления комплексных солей никеля и молибдена, обеспечивающая максимальный коэффициент использования металлов, а также оптимальные выход нитридной фазы и значения удельной поверхности;

2) Установлено, что для получения нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ необходимо использовать прекурсор, синтезированный с использованием метода изотермической кристаллизации, а наилучшие результаты по выходу нитридной фазы и удельной поверхности получаются при использовании ацетата никеля в качестве исходной соли;

3) Полученные результаты по исследованию каталитической активности синтезированных нитридных образцов на основе $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ в различных модельных реакциях позволяют рекомендовать их для использования в качестве катализаторов в промышленности.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Достоверность полученных экспериментальных результатов подтверждается использованием комплекса современных методик исследования физико-химических и структурных характеристик получаемых образцов. Результаты исследований согласуются между собой, что также является показателем достоверности получаемых данных.

Личный вклад соискателя состоит в:

Соискателем был проведён аналитический обзор литературы по проблеме исследования, в котором отражено современное состояние науки в области методов получения нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ и его физико-химических свойств. Основываясь на результатах анализа, сформулированы цели и задачи работы. Проведены исследования влияния параметров синтеза на структурные и физико-химические характеристики получаемых образцов системы Ni-Mo-N. Определены закономерности формирования фазового состава и морфологии получаемых образцов. В связи с отсутствием справочных данных для соединения $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ методом теории функционала плотности проведён расчёт стандартных термодинамических функций этого соединения.

Проведены исследования каталитической активности нитридных образцов в различных модельных реакциях. Сделаны выводы по результатам работы.

Соискатель представил 5 опубликованных работ в рецензируемых научных изданиях из перечня, утвержденного Минобрнауки России, 4 опубликованные работы в изданиях, индексируемых в наукометрических базах данных Web of Science, Scopus.

Пункт 2.6 Положения присуждения ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук НИТУ «МИСиС» соискателем ученой степени не нарушен.

Диссертация Лейбо Дениса Владимировича соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС», так как в ней на основании выполненных автором исследований:

- разработан новый метод получения нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$ путём восстановления комплексных азотсодержащих прекурсоров, отличающийся более высокими значениями экономичности и экологичности в сравнении с существующими аналогами;
- показано влияние методики синтеза и состава исходных компонентов на физико-химические характеристики получаемых порошков на основе нитрида $\text{Ni}_2\text{Mo}_3\text{N}$.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Д.В. Лейбо ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (металлургия).

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 5 человек, участвовавших в заседании, из 5 человек, входящих в состав комиссии, проголосовала: за - 5, против - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Председатель Экспертной комиссии



Астахов М. В.

19.11.2019