

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу
Бондаревої Антоніни Ігорівни
на тему «Пористі керамічні матеріали на основі глин України»,
представлену на здобуття ступеня доктора філософії
в галузі знань 16 Хімічна та біоінженерія
за спеціальністю 161 Хімічні технології та інженерія

Актуальність теми дисертації.

В останні роки одним із важливих напрямків в галузі хімічного матеріалознавства є вивчення закономірностей створення пористих структур у різноманітних за природою системах і розробка на цій основі матеріалів із унікальними властивостями. Використання шаруватих силікатів для одержання керамічних матеріалів із регульованою пористістю є дуже перспективним. Адже, окрім бажаних властивостей, можна отримати матеріали комплексної дії, наприклад, екологічного призначення.

Дисертаційна робота Бондаревої Антоніни Ігорівни спрямована на створення нових матеріалів на основі дешевої та доступної сировини (глин України) для захисту природних водних систем від забруднення сполуками арсену (V) та хрому (VI).

Актуальність роботи підтверджується її зв'язком з науковими темами, що фінансувались за рахунок державного бюджету: «Композиційні наноструктуровані матеріали з регульованими фізико-хімічними властивостями» (0117U000262, 2017-2019 рр.) та «Новітні нанодисперсні оксидні та композиційні адсорбенти і каталізатори екологічного призначення» (0120U102127, 2020-2022 рр.). Також сформульовані під час виконання роботи наукові положення та експериментальні підходи можуть бути впроваджені в навчальний процес на хіміко-технологічному факультеті КПІ ім. Ігоря Сікорського за спеціальністю 161 «Хімічні технології та інженерія».

Оцінка обґрунтованості наукових результатів дисертації, їх достовірності та новизни.

Наукові положення і висновки, сформульовані в дисертаційній роботі, теоретично обґрунтовані і підтверджені результатами експериментальних досліджень з використанням сучасних фізико-хімічних методів. Рентгенофазовий метод аналізу використано для контролю мономінеральності зразків природних глинистих мінералів та визначення фазового складу синтезованих пористих керамічних матеріалів; методом ІЧ-спектроскопії контролювали процеси структуроутворення та модифікації поверхні керамічних матриць; рентген-флюоресцентний аналіз для визначення елементного складу досліджуваних зразків; метод низькотемпературної

адсорбції/десорбції азоту для визначення характеристик поруватої структури; термогравіметричний аналіз для характеристики термічного розпаду зразків; скануючу електронну мікроскопію з енергодисперсійною рентгенівською спектроскопією для дослідження морфології поверхні матеріалів; метод атомно-емісійної спектрометрії з індуктивно зв'язаною плазмою для визначення вихідних та рівноважних концентрацій важких металів у розчині.

Наукова новизна результатів дисертаційного дослідження полягає в наступному:

У роботі вперше досліджено особливості структуроутворення і визначено можливості регулювання параметрами поруватої структури шаруватих силікатів у процесах одержання порошкоподібних керамічних матриць та гранулюванні.

Вивчено сорбційні властивості одержаних керамічних матеріалів, модифікованих різними ферумвмісними сполуками, по відношенню до найбільш небезпечних токсикантів – сполук арсену та хрому.

Показано, що утилізація відпрацьованих сорбентів за керамічною технологією приводить до міцного зв'язування екотоксикантів і унеможливорює їх вилигування у навколишнє середовище.

Зважаючи на наукову новизну результатів дисертаційного дослідження, їх практична значимість полягає в тому, що отримані експериментальні дані можуть бути використані при розробці сорбційних технологій доочищення вод від забруднення сполуками арсену та хрому.

Отже, в дисертаційній роботі поставлене наукове завдання виконано повністю, здобувач повною мірою оволодів методологією наукової діяльності.

Оцінка змісту дисертації, її завершеність та дотримання принципів академічної доброчесності.

За своїм змістом дисертаційна робота здобувача Бондарєвої А.І. повністю відповідає Стандарту вищої освіти зі спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» та напрямкам досліджень відповідно до освітньої програми «Хімічні технології та інженерія».

Дисертаційна робота є завершеним у рамках поставленого наукового завдання дослідженням, сукупність результатів якого свідчить про наявність особистого внеску здобувача у розвиток наукового напрямку створення нових речовин та матеріалів.

Розглянувши звіт подібності за результатами перевірки дисертаційної роботи на текстові співпадіння, можна зробити висновок, що дисертаційна робота Бондарєвої Антоніни Ігорівни є результатом самостійних досліджень здобувача і не містить елементів фальсифікації, компіляції, фабрикації, плагіату та запозичень. Використані ідеї, результати і тексти інших авторів мають належні посилання на відповідне джерело.

Мова та стиль викладення результатів.

Дисертаційна робота написана українською мовою з використанням сучасної термінології. Наукові положення викладено стисло і точно, що забезпечує доступність їх сприйняття.

Дисертація складається з вступу, 5 розділів, висновків, списку літератури та 1 додатку. Загальний обсяг дисертації 160 сторінок.

У вступі проведено обґрунтування вибору теми дисертації, зазначено зв'язок роботи з науковими темами, програмами та планами, викладено мету та завдання досліджень, перераховано використані у роботі методи дослідження, підкреслено наукову новизну та практичне значення отриманих результатів, а також особистий внесок здобувача.

У першому розділі розглянуто основні групи пористих матеріалів, що широко використовуються в різних галузях, зокрема для захисту навколишнього середовища та проаналізовано їх недоліки. Значну увагу зосереджено на огляді існуючих методів контролю структури шаруватих та шарувато-стрічкових глинистих мінералів. Показано, що сорбційні матеріали на основі алюмосилікатної матриці можуть бути ефективними при очищенні водних систем від забруднення аніонними формами важких металів.

У другому розділі описано підготовку природних глинистих мінералів (каолініту, монтморилоніту, сапоніту) для дослідження та методики отримання композитних матеріалів на їх основі, вказано методи експериментальних досліджень.

У третьому розділі автор описує структурно-сорбційні характеристики та фізико-хімічні властивості отриманих матеріалів на основі каолініту. Послідовне використання методів температурної обробки (600 °C) та кислотної активації каолініту дозволило збільшити величину питомої поверхні з 9 м²/г до 61 м²/г та 140 м²/г в залежності від температури активації. Також досліджено вплив додаткового використання ультразвукового випромінювання під час кислотної активації на структурні характеристики матеріалів. Розглянуто можливості створення розвиненої поруватості в зразках при гранулюванні. Показано, що досліджувані матеріали можуть бути успішно модифіковані ферумвмісними сполуками та використанні в якості сорбентів для видалення сполук As (V) та Cr (VI) з водних розчинів.

Четвертий розділ присвячено розгляду структурно-сорбційних характеристик та фізико-хімічних властивостей пористих матеріалів на основі монтморилоніту та сапоніту. Висвітлено залежність зміни пористої структури монтморилоніту від умов проведення темплатного синтезу. Показано, що за визначених оптимальних умов експерименту можна отримати пористий матеріал, який має величину питомої поверхні 224 м²/г та розвинену систему мезопор. Досліджено сорбційну здатність отриманих монтморилонітових носіїв

та сапоніту після модифікування їх поверхні ферумвмісними сполуками. Здійснено порівняння сорбційної здатності хімічних модифікованих (з використанням кремнійорганічної сполуки) зразків пористого носія на основі монтморилоніту та кислотного активованого каолініту щодо до іонів Cr (VI).

У п'ятому розділі автором запропоновано принципову технологічну схему одержання композиту на основі природної сировини (сапонітової глини) та оксигідроксидів заліза/кобальту. Показано, що дану технологію можна реалізувати на території діючого підприємства з виробництва будівельної кераміки. Для утилізації відпрацьованого ферумвмісного сорбенту запропоновано керамічну технологію. Встановлено, що його додавання до керамічної шихти не суттєво впливає на міцність отриманих зразків на згин (у вивчених умовах). Також в даному розділі представлені результати дослідження щодо міцності зв'язування адсорбованого хрому (VI) з керамічною матрицею після випалу при температурі 1050 °C. Які свідчать, що через 2 місяці безперервного перебування зразків в розчинах, що моделюють середовища їх потенційної експлуатації, практично не відбувається вимивання важкого металу.

Дисертаційна робота оформлена відповідно до вимог наказу МОН України від 12 січня 2017 р. № 40 «Про затвердження вимог до оформлення дисертації».

Оприлюднення результатів дисертаційної роботи.

Наукові результати дисертації висвітлені у 21 науковій публікації здобувача, серед яких: 3 статті у наукових виданнях, включених на дату опублікування до переліку наукових фахових видань України; 3 статті у періодичних наукових виданнях, проіндексованих у базах даних Web of Science Core Collection та/або Scopus, з яких 3 статті у виданнях, віднесених до третього квартилю (Q3) відповідно до класифікації SCImago Journal and Country Rank або Journal Citation Reports.

Також результати дисертації були апробовані на 13 наукових фахових конференціях та шляхом опублікування 2 статей в іншому науковому виданні (Доповіді Національної академії наук України), що не є фаховим для спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерії», але входить до переліку наукових фахових видань України з технічних та хімічних галузей науки.

Опубліковані праці здобувача мають високий науковий рівень, написані з використанням сучасної науково-технічної термінології галузі, зокрема іноземною мовою (англійською). У наукових публікаціях принципи академічної доброчесності не порушені.

Таким чином, наукові результати описані в дисертаційній роботі повністю висвітлені у наукових публікаціях здобувача.

Недоліки та зауваження до дисертаційної роботи.

1. В розділі 2 при описі підготовки природних глинистих мінералів та методів синтезу матеріалів на їх основі вказано, що зразки подрібнювали та просіювали до отримання необхідної фракції через сито $\leq 0,315$ мм. Чим обґрунтовано вибір саме такої фракції?

2. В підрозділі 2.1.5 «Одержання ферумвмісних керамічних матеріалів» автором було отримано зразки, модифіковані оксигідрооксидами заліза та кобальту (ст.51-52), шляхом співосадження. З роботи залишається не зрозумілим чи визначалось співвідношення гідроксидів, закріплених на поверхні носія і як воно корелює зі взятими для синтезу співвідношеннями?

3. В підрозділі 3.1 наведено елементний склад вихідного та модифікованого зразку каолініту (табл.3.3), одержані рентгенофлюорисцентним методом. Також для багатьох одержаних зразків є дані ЕДС аналізу. При використанні цих двох методів можна розраховувати відсотковий вміст оксидів, що особливо цікаво для аналізу модифікованих зразків. Чи проводились такі розрахунки?

4. В третьому розділі (табл. 3.5) наведена характеристика пористої структури зразків композитів на основі каолінітної матриці, модифікованих оксигідрооксидами заліза та кобальту, але детально не описано можливу причину збільшення величини їх питомої поверхні в 20-30 разів у порівнянні з необробленим зразком.

5. В розділі 3 на ст. 72 наведено твердження «В роботі [169] показано, що композиційний матеріал на основі природного каолініту та аморфного нульвалентного заліза ефективніше видаляє іони Cd^{2+} із забрудненого середовища у порівнянні з сорбентом з кристалічним Fe^0 ». Базуючись на проведених дисертантом дослідженнях, чим можна пояснити ефективність нульвалентного заліза на поверхні каоліну, у порівнянні з кристалічним Fe^0 ?

6. У вступі при обґрунтуванні вибору теми дослідження автором підкреслено перспективність одержання сорбційних матеріалів на основі дешевої та доступної сировини. Який з одержаних в рамках дослідження матеріалів, на думку автора, за співвідношенням показників «якість-вартість продукту» найбільше підходить для реального використання у водоочисних технологіях?

Ряд зауважень стосується оформлення роботи, саме:

7. На рис. 3.6, 3.9, 3.19, 3.20, 3.21, 4.8, 4.9 та 4.14, на яких представлено дані СЕМ, не наведено збільшення, при якому отримані дані мікрофотографії. Це було б корисним для порівняння зразків.

8. В підписі до рис. 4.2 та 4.3 (ст. 97-98) не позначено розшифрування кривих.

9. У тексті дисертації зустрічається використання двох термінів для позначення матеріалів і структури – поруваті і пористі. Чим вони відрізняються?

Вважаю, що висловлені зауваження не є визначальними і не зменшують загальну наукову новизну та практичну значимість результатів та не впливають на позитивну оцінку дисертаційної роботи.


Висновок про дисертаційну роботу.

Вважаю, що дисертаційна робота здобувача ступеня доктора філософії Бондарєвої Антоніни Ігорівни на тему «Пористі керамічні матеріали на основі глин України» виконана на високому науковому рівні, не порушує принципів академічної доброчесності та є закінченим науковим дослідженням, сукупність теоретичних та практичних результатів якого розв'язує наукове завдання, що має істотне значення для галузі знань 16 «Хімічна та біоінженерія». Дисертаційна робота за актуальністю, практичною цінністю та науковою новизною повністю відповідає вимогам чинного законодавства України, що передбачені в п.6 – 9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44.

Здобувач Бондарєва Антоніна Ігорівна заслуговує на присудження ступеня доктора філософії в галузі знань 16 «Хімічна та біоінженерія» за спеціальністю 161 «Хімічні технології та інженерія».

Офіційний опонент:

Завідувач відділу сорбції
та тонкого неорганічного синтезу
Інституту сорбції та проблем ендоекології
НАН України
д.х.н., с.н.с.



Ірина РОМАНОВА

Підпис засвідчую:

Вчений секретар
Інституту сорбції та проблем ендоекології
НАН України
к.х.н.



Світлана МЕЛЕШЕВИЧ

«_14_» грудня 2023 року