

ЗАКЛЮЧЕНИЕ
ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.076.09,

созданного на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело №_____
решение диссертационного совета от 29.03.2019 г., № 3

О присуждении Шахмурзовой Камиле Тимуровне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Синтез и свойства полиэфиркетона и сополимеров на его основе для применения в аддитивных технологиях» по специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения принята к защите 24.01.2019 г., протокол № 2, диссертационным советом Д 212.076.09, созданном на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова» Минобрнауки России, 360004, г. Нальчик, ул. Чернышевского, д. 173, № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель – Шахмурзова Камила Тимуровна, 1991 года рождения, в 2014 году окончила магистратуру ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова» Минобрнауки РФ, по направлению «Химическая технология», В 2018 г. окончила очную аспирантуру Кабардино-Балкарского государственного университета им. Х.М. Бербекова по специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения. Работает в должности научного сотрудника в центре прогрессивных материалов и аддитивных технологий ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова» Минобрнауки РФ.

Диссертация выполнена на кафедре органической химии и высокомолекулярных соединений ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова» Минобрнауки России.

Научный руководитель – доктор химических наук, профессор, Хаширова Светлана Юрьевна, ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова», кафедра органической химии и высокомолекулярных соединений, заведующая кафедрой.

Официальные оппоненты:

Щербина Анна Анатольевна, доктор химических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева» (г. Москва), проректор по науке;

Кумыков Руслан Машевич, доктор химических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный аграрный университет им. В.М. Кокова» (г. Нальчик), профессор кафедры технологии продуктов общественного питания и химии дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГБУН «Институт проблем химической физики» (ИПХФ РАН) Российской Академии наук, г. Черноголовка, в своем положительном отзыве, подписанном Джардимилиевой Гульзиан Исхаковной, доктором химических наук, заведующей лабораторией металлополимеров, утвержденном заместителем директора, доктором химических наук, профессором Бадамшиной Э.Р. 22.02.2019 года, указала, что по своей актуальности, представленному объему экспериментального

материала, теоретическому уровню, научной и практической значимости диссертационная работа Шахмурзовой Камилы Тимуровны «Синтез и свойства полиэфиркетона и сополимеров на его основе для применения в аддитивных технологиях», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения, представляет собой законченную научно-исследовательскую работу. Достоверность и надежность полученных результатов базируется на использовании комбинаций различных физико-химических методов, дающих достаточно объективную информацию о характере исследованных явлений и не вызывает сомнений. Содержание диссертации соответствует п. 9 действующего «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г., и паспорту специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения по пунктам: п. 2 «Синтез олигомеров, в том числе специальных мономеров, связь их строения и реакционной способности. Катализ и механизмы реакций полимеризации, сополимеризации и поликонденсации с применением радикальных, ионных и ионно-координационных инициаторов, их кинетика и динамика. Разработка новых и усовершенствование существующих методов синтеза полимеров и полимерных форм»; п. 8 «Усовершенствование существующих и разработка новых методов изучения строения, физико-химических свойств полимеров в конденсированном состоянии и других свойств, связанных с условиями их эксплуатации»; п. 9 «Целенаправленная разработка полимерных материалов с новыми функциями и интеллектуальных структур с их применением, обладающих характеристистиками, определяющими области их использования в заинтересованных отраслях науки и техники». По характеру постановки цели и задач, использованным подходам к экспериментальным исследованиям и анализу результатов работа отвечает отрасли наук «химические», а её автор, Шахмурзова Камила Тимуровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения». Протокол № 119 от 22.02.2019 г. заседания Полимерного семинара Отдела полимеров и композиционных материалов ФГБУН «Институт проблем химической физики» РАН.

Соискатель имеет 28 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 8 работ, из них в рецензируемых научных изданиях – 6. Авторский вклад составляет 78 %. Общий объем научных изданий составляет 4 п.л., получено 2 патента РФ на изобретение.

Наиболее значимые из них:

1. Шахмурзова К.Т. Полиэфиркетоны. Получение, свойства и применение / К.Т.Шахмурзова, Ж.И.Курданова, С.Ю.Хаширова, А.А.Беев, М.Х.Лигидов, С.И.Пахомов, А.К.Микитаев // Известия высших учебных заведений. Серия: химия и химическая технология. – 2015. – Т. 58. – № 3. – С. 3-11.
2. Шахмурзова К.Т. Синтез и свойства полиэфиркетонов на основе 1,4-дигидроксибензола и 4,4'-дигидроксидифенила / К.Т. Шахмурзова, А.А.Жанситов, Ж.И.Курданова, А.Э.Байказиев, А.Х.Саламов, С.Ю.Хаширова // Известия Кабардино-Балкарского государственного университета. 2016. – Т. 6. – № 3. – С. 67-69.
3. Шахмурзова К.Т. Синтез и свойства полиэфиркетонов для 3D-печати / А.А.Жанситов, А.Л.Слонов, Р.А.Шетов, А.Э.Байказиев, К.Т.Шахмурзова, Ж.И.Курданова, С.Ю.Хаширова // Химические волокна. – 2017. – № 6. – С. 68-73.

На диссертацию и автореферат поступили положительные отзывы от:

1. заведующего кафедрой высокомолекулярных соединений и коллоидной химии химического факультета ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского», д.х.н., доцента Зайцева С.Д. Автореферат диссертации содержит некоторое количество опечаток, например: 1) на рисунке (стр. 10), в примечании к таблице 7 (стр. 16) подписи, формулы и обозначения приведены на английском языке, а в описании все характеристики – на русском; 2) кроме того, в автореферате нет данных о молекулярной массе образца полиэфирэфиркетона, который удовлетворяет требованиям к материалам для 3D-печати.
2. доцента кафедры «Химия и технология переработки эластомеров» Волгоградского государственного технического университета, к.т.н., Сидоренко Н.В. В качестве замечания следует отметить отсутствие данных об условиях проведения термогравиметрического анализа, а также о значениях остаточной массы образцов.
3. профессора кафедры теоретической и прикладной химии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна», д.т.н., профессора Михайловой А.П. Имеются вопросы и замечания: 1) по полученным результатам экспериментальной части можно выявить несколько интересных закономерностей влияния избытка 4,4'-дифторбензофенона на термические и физико-механические свойства полимера, например: 1) использование в процессе поликонденсации полиэфирэфиркетона (ПЭЭК) избытка 4,4'-дифторбензофенона 4 % повышает температуру кристаллизации на 40 %, а температуру плавления- всего на 14 % (табл. 2); - образец ПЭЭК-5 (избыток дифторбензофенона - 1,2 %) имеет относительное удлинение 85,5 %, а образец ПЭЭК-6 (избыток дифторбензофенона – 1,5 %) – всего 5 %. Чем объясняются эти эффекты? 2) в разделе 3.3 не представлены физико-механические и реологические свойства сополиэфиркетона на основе нового мономера М-І.
4. заместителя декана по научно-организационной работе ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», д.х.н., профессора Вацадзе С.З. Имеются замечания: в автореферате можно было бы более подробно осветить особенности синтеза мономера методом электрофильного замещения и расширить работу по изучению его структуры; в автореферате не найдены данных по молекулярной массе и молекулярно-массовому распределению полученных образцов; украсило бы работу также использование рентгеновских исследований в дополнение к методу ДСК, особенно, в части определения степени кристалличности.
5. профессора кафедры органической химии ФГБОУ ВО «Северо-Осетинский государственный университет им. К.Л. Хетагурова», д.х.н., профессора Абаева В.Т. Имеются замечания: 1) из результатов, представленных в автореферате, не ясно, имеют ли синтезированные сополиэфиркетоны статистическое или блочное строение; 2) на рисунке 5 плохо различимы области изменения интенсивности пиков с увеличением содержания сомономера - 4,4'-дигидроксидифенила; 3) для оценки качества печати сополиэфиркетонов на основе 1,4-дигидроксибензола в зависимости от степени кристалличности можно было привести больше сравнительных данных.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается широкой известностью их достижений в области синтеза и исследования свойств поликонденсационных полимеров, в частности, высокотермостойких полиэфиров и публикациями в ведущих отечественных и зарубежных научных журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработан метод направленного синтеза полиэфирэфиркетона и его сополимеров на основе 4,4'-дигидроксидифенила и нового мономера на основе терефталоилхлорида и 4-хлордифенилсульфона, позволяющий получать перспективные материалы для 3D-печати;

предложен оригинальный подход к целенаправленному регулированию технологичности полиэфирэфиркетона для применения в 3D-печати за счет введения в основную цепь полиэфирэфиркетона 4,4'-дигидроксидифенила и (или) мономера новой структуры на основе терефталоилхлорида и 4-хлордифенилсульфона;

проведены комплексные исследования влияния условий синтеза полиэфиркетонов на их термические и молекулярно-массовые характеристики, физико-механические свойства, установлены закономерности процессов термического разложения полиэфиркетонов в зависимости от структуры и условий их получения;

продемонстрирована перспективность использования разработанных полиэфиркетонов в качестве материалов для 3D-печати с получением 3D-изделий не уступающих по свойствам литьевым образцам.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны положения, вносящие вклад в расширение представлений о влиянии условий синтеза полиэфиркетонов на структуру и свойства образующихся полимеров, синтезирован новый мономер на основе терефталоилхлорида и 4-хлордифенилсульфона и новых сополиэфиркетонов на его основе, расширяющий границы применимости полиэфиркетонов в новых технологиях 3D-печати;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс современных методов исследования для доказательства влияния условий синтеза, структуры сомономеров на термические, физико-механические и реологические свойства, достоверной оценки кинетических параметров термических превращений полиэфиркетонов;

изучены основные закономерности синтеза гомо- и сополиэфиркетонов и раскрыты особенности и условия регулирования молекулярно-массовых характеристик, степени кристалличности, и, соответственно, свойств, определяющих возможность применения полиэфиркетонов в технологиях 3D-печати.

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

разработаны полимерные материалы – гомо- и сополиэфирэфиркетоны с высокими термическими и физико-механическими свойствами, применимые в качестве тепло- и термостойких конструкционных полимерных материалов и перспективные для изготовления ответственных сложнопрофильных изделий методом 3D-печати;

определенна корреляция между условиями синтеза, структурой полиэфиркетонов и физико-механическими свойствами, необходимыми для качественной печати 3D-изделий и получена новая информация о термических превращениях полиэфиркетонов, что позволяет направленно синтезировать и прогнозировать поведение этих материалов в условиях 3D-печати и дальнейшей эксплуатации;

на основе выполненных исследований расширен ассортимент суперкострукционных полимерных материалов для 3D-печати, что открывает новые возможности для использования технологических преимуществ высокотемпературных термопластов и аддитивных технологий в стратегически важных отраслях промышленности.

Представленные результаты рекомендуются для использования в научно-исследовательской работе ФГБУН «Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмиянова» РАН, ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева», ФГБУН «Институт высокомолекулярных соединений» РАН, ФГБУН «Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколова» РАН, ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, ОАО «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» и др.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных методик проведения экспериментов и совокупности физико-химических методов анализа и являются достоверными; показана воспроизводимость результатов при многократном повторении экспериментов в различных условиях; установлено, что выявленные в работе особенности изученных процессов не противоречат общепринятым теоретическим представлениям, выводы по работе согласуются с литературными источниками по теме диссертации; использованы современные методики сбора и обработки научно-технической информации, обоснован выбор объектов исследования.

Личный вклад соискателя состоит в:

самостоятельном выполнении основных этапов работы: выборе направления работ, постановке задач научного исследования, выборе методов и объектов исследования, планировании и непосредственном осуществлении эксперимента, описании и интерпретации полученных результатов, формулировке выводов, подготовке публикаций, автореферата, диссертации и научных докладов.

Диссертационная работа Шахмурзовой Камилы Тимуровны на соискание ученой степени кандидата химических наук является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научно-практической задачи, имеющей важное значение для развития химии высокомолекулярных соединений в области направленного синтеза высокотермостойких полимеров класса полиэфиркетонов для 3D-печати с заданными физико-химическими, реологическими и термическими свойствами, что соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, с изменениями, внесенными Постановлением Правительства от 21 апреля 2016 года № 335), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук.

На заседании 29 марта 2019 г. (протокол № 3) диссертационный совет принял решение присудить Шахмурзовой Камиле Тимуровне ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 7 докторов наук по специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения, химические науки, участвовавших в заседании, из 26 человек, входящих в состав совета, проголосовали за – 16, против – 4, недействительных бюллетеней – 0.

Заместитель председателя
диссертационного совета

Борукаев Тимур Абдулович

Ученый секретарь
диссертационного совета

Долбин Игорь Викторович

