

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ИХС  
РАН

академик В. Я. Шевченко

« 25 » февраля 2015 г.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН (ИХС РАН)

Диссертация «Синтез, исследование каталитической и биологической активности цеолитов со структурами Rho, Beta и паулингита, модифицированных наночастицами и кластерами серебра» выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Трудового Красного Знамени Институте химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН (ИХС РАН)

В период подготовки диссертации соискатель  
Ульянова Наталия Юрьевна

работала в ИХС РАН в должности младшего научного сотрудника (являлась соискателем ученой степени кандидата наук по специальности физическая химия в ИХС РАН 2011–2015 гг.)

В 2011 г. окончила Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет), кафедру химической технологии неорганических веществ  
квалификация инженер по специальности химическая технология неорганических веществ

Удостоверение о сдаче кандидатских экзаменов №51 выдано в ИХС РАН 27.02.2015 г.



Срок соискательства ученой степени кандидата наук по специальности физическая химия в ИХС РАН закончился в 2015 г.

Научный руководитель – кандидат химических наук, Голубева Ольга

Юрьевна

работает в должности ведущего научного сотрудника в ИХС РАН

По результатам рассмотрения диссертации «Синтез, исследование каталитической и биологической активности цеолитов со структурами Rho, Beta и паулингита, модифицированных наночастицами и кластерами серебра»

принято следующее заключение:

Диссертационная работа Ульяновой Наталии Юрьевны «Синтез, исследование каталитической и биологической активности цеолитов со структурами Rho, Beta и паулингита, модифицированных наночастицами и кластерами серебра» выполнена в соответствии с подразделами программы ФНИ государственных академий наук в рамках планов научных исследований ИХС РАН (номера госрегистрации № 01201052580; № 01201353830). Проведенные исследования поддержаны грантами (гранты РФФИ (№14-03-00235 А и №12-03-33012 мол\_a\_вед), ОХНМ РАН (программой «Создание научных основ экологически безопасных и ресурсосберегающих химико-технологических процессов. Отработка процессов с получением опытных партий веществ и материалов» в 2012–2014 гг.) и Государственный контракт от 30.09.09 № 02.740.11.0454. Программой Президиума РАН (программой «Разработка методов получения химических веществ и создание новых материалов»), грантом Правительства Санкт-Петербурга (персональные гранты Санкт-Петербурга для молодых ученых, молодых кандидатов наук от 19.08.2014 № 103, ПСП № 14526 2014).

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации.

Цели и задачи исследования сформулированы Ульяновой Н.Ю. и научным руководителем работы. Синтез материалов, анализ их физико-химических свойств и измерение оптических и каталитических характеристик выполнены непосредственно автором. Обсуждение результатов проведено автором при участии научного руководителя и соавторов публикаций.



## Степень достоверности результатов проведенных исследований.

Степень достоверности достигается за счет использования современных методов физико-химического анализа на сертифицированном оборудовании со стандартизованными калибровками и подтверждается воспроизводимостью и согласованностью результатов исследования.

## Новизна и практическая значимость

Научная новизна проведенных исследований заключается в следующем:

1. Изучены процессы кристаллизации цеолитов структурных типов Rho, Beta и Pau, определены оптимальные условия синтеза. Впервые исследованы сорбционные свойства цеолитов Rho, Beta, Pau, установлено наличие высокой сорбционной емкости, что определяет возможность использования их в качестве матриц для стабилизации наночастиц.
2. Разработан метод стабилизации кластеров и наночастиц серебра путем иммобилизации их в пористых матрицах структурных типов Rho, Beta и Pau.
3. Впервые исследовано влияние содержания кластеров и наночастиц серебра на каталитическую активность модифицированных цеолитов в реакциях окисления CO, окисления водорода.
4. Впервые исследовано влияние содержания кластеров и наночастиц серебра, типа матрицы, состояния серебра на антимикробную активность модифицированных цеолитов.
5. Разработанные материалы перспективны для решения проблем катализа, медицины, и фармакологии и могут быть применены в качестве высокоэффективных катализаторов, антибактериальных препаратов, как фильтровальные элементы для очистки питьевой воды от патогенных микроорганизмов.

Исследование такого рода представляет научный интерес, так как позволит выявить корреляцию между типом кластеров и наночастиц в порах матриц и их физико-химическими свойствами. В то же время данная работа имеет и прикладное значение, так как открывает широкие возможности создания новых материалов с набором заданных свойств, что представляет огромный интерес для разработки на их основе высокоэффективных катализаторов, антибактериальных препаратов, биоцидных сорбентов.

По результатам исследования получены патенты РФ:

1. Патент РФ на изобретение № 2502259 "Способ получения водорастворимого бактерицидного препарата", заявка № 2012123787, приоритет изобретения 07 июня 2012., зарегистрировано в Гос. реестре изобретений РФ 27 декабря 2013 г., патентообладатель Институт химии



силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН, авторы Голубева О.Ю., Шамова О.В., Терновая (Ульянова) Н.Ю., Орлов Д.С., Коряков В.Н., Шевченко В.Я., Корнева Е.А.

2. Патент РФ на изобретение № 2507000 “Способ получения синтетического аналога цеолита паулингит”, заявка № 2012151418, приоритет изобретения 30 ноября 2012., зарегистрировано в Гос. реестре изобретений РФ 20 февраля 2014., патентообладатель Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН, авторы Голубева О.Ю., Ульянова Н.Ю., Яковлев А.В.

Подана заявка на патент на изобретение № 2014137900 «Способ получения синтетического цеолита структурного типа Rho», приоритет изобретения 18 сентября 2014, патентообладатель Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН, авторы Голубева О.Ю., Яковлев А.В.

### **Ценность научных работ соискателя.**

Ценность работы соискателя Ульяновой Н.Ю. заключается в том, что впервые изучены процессы кристаллизации цеолитов структурных типов Rho, Beta и Fau, определены оптимальные условия их синтеза. Впервые исследованы сорбционные свойства цеолитов Rho, Beta, Fau, что позволило экспериментально подтвердить наличие высокой сорбционной емкости, которая определяет возможность использования их в качестве матриц для стабилизации наночастиц.

В процессе работы результативно использован комплекс физико-химических методов анализа, включающих РФА, ДТА (ДСК)/ТГ, электронную микроскопию, оптические методы анализа: ИК-спектроскопия и УФ-спектроскопия с интегрирующей сферой для регистрации и оценки электронного состояния серебра.

По материалам диссертации опубликовано 15 работ, 4 из которых статьи в рецензируемых научных журналах из Перечня, рекомендованного ВАК РФ, 2 патента и 9 тезисов докладов в Международных и российских конференциях.

### **Специальность, которой соответствует диссертация.**

Диссертация соответствует паспорту специальности 02.00.04 – физическая химия в п. 7- Макрокинетика, механизмы сложных химических процессов, физико-химическая гидродинамика, растворение и кристаллизация.

### **Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем.**

По материалам диссертации опубликовано 15 работ, 4 из которых статьи в рецензируемых научных журналах из Перечня, рекомендованного ВАК



РФ, 2 патента и 9 тезисов докладов в Международных и российских конференциях.

Статьи:

1. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Каталитическое окисление водорода с использованием цеолита Rho, модифицированного наночастицами серебра. / Н.Ю. Ульянова (Терновая), О.Ю. Голубева, Н.В. Мальцева // Физ. и хим. стекла. -2012. -Т. 38. -№ 5.-С. 617-624.
2. Ульянова, Н.Ю. Синтез и исследование каталитической активности цеолита Rho с различным содержанием наночастиц серебра. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева, Л.Н. Куриленко // Физика и Химия Стекла. - 2013. -Т. 39. -№ 6.-С. 57-63.
3. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Синтетические наноглины систематически меняющегося состава: получение, структура и физико – химические свойства. / Н.Ю. Ульянова (Терновая), О.Ю. Голубева, Т.Г. Костырева, И.А. Дроздова, М.В. Мокеев // Физ. и хим. стекла. -2013. -Т. 39. -№ 5.-С. 753-763.
4. Ульянова, Н.Ю. Сорбционные свойства синтетических гидро- и алюмосиликатов со слоистой, каркасной и нанотрубчатой морфологией по отношению к ионам свинца (II) и парам воды. / Н.Ю. Ульянова, Т.П. Масленникова, О.Ю. Голубева, М.П. Дякина // Физ. и хим. стекла. - 2014.-Т.40.-№2. -С. 343-350.
5. Ульянова, Н.Ю. Синтез цеолита со структурой паулингита. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева, А.В. Яковлев // Физика и Химия Стекла. - 2015.-Т.41.-№4.(в печати)
6. Ульянова, Н.Ю. Стабилизация наночастиц и кластеров серебра в пористых цеолитных матрицах различных структур. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева // Физика и Химия Стекла. - 2014 (принята к печати). - №372.
7. Ульянова, Н.Ю. Исследование текстурных и адсорбционных характеристик синтетического цеолита со структурой паулингита. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева, А.В. Яковлев // Физика и Химия Стекла. -2014 (принята к печати). - №376.

Тезисы в сборниках материалов научных конференций:

1. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Исследование каталитического окисления водорода с использованием наночастиц серебра, стабилизированных в цеолите RHO. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), О.Ю. Голубева, Е.А. Николаева // Тезисы докладов XII Молодежной научной конференции «Новые материалы для малой энергетики и экологии. Проблемы и решения». Санкт-Петербург, 23 ноября 2011г. СПб: Изд-во Лема, С.23.
2. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Стабилизация наночастиц серебра в пористых алюмосиликатных матрицах. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), О.Ю. Голубева, Т.Г. Костырева // Тезисы докладов Второй Конференции стран СНГ «Золь-гель-2012». Севастополь- Украина, 18-20 сентября 2012г. С. 82.



3. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Синтез, исследование структуры и физико-химических свойств цеолита ECR-18 со структурой паулингита. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), А.В. Яковлев // Тезисы докладов XIII Всероссийской молодежной научной конференции с элементами научной школы – Химия силикатов: вчера, сегодня, завтра» (к 125-летию академика И.В. Гребенщикова). Санкт-Петербург, 9-10 июля 2012г. СПб: Изд-во Лема, С.99-101.
4. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Исследование каталитической активности цеолитов модифицированных наночастицами серебра. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), О.Ю. Голубева // Тезисы докладов III Международной научной конференции наноструктурные материалы 2012 г. «Нано-2012», Санкт-Петербург, 19-22 ноября 2012 г. СПб: Изд-во Лема, С.463.
5. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Синтетические наноглины: получение, свойства и перспективы применения. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), О.Ю. Голубева, Костырева Т.Г., Дроздова И.А., Мокеев М.В. // Тезисы докладов III Международной научной конференции наноструктурные материалы 2012г. «Нано-2012», Санкт-Петербург, 19-22 ноября 2012г. СПб: Изд-во Лема, С.227.
6. Ульянова (Терновая), Н.Ю. Разработка синтетического наносорбента ионов тяжелых металлов из водных растворов на основе алюмосиликатов со слоистой и каркасной структурой. / Н.Ю. Терновая (Ульянова), М.П. Дякина // Тезисы докладов «XIII Всероссийская молодежная научная конференция с элементами научной школы – «Химия силикатов: вчера, сегодня, завтра» (к 125-летию академика И.В. Гребенщикова). Санкт-Петербург, 9-10 июля 2012г. СПб: Изд-во Лема, С.41-43.
7. Ульянова, Н.Ю. Синтез и исследование температурно-временных параметров процесса кристаллизации цеолита со структурой паулингита. / Н.Ю. Ульянова, М.А. Кабанова // Тезисы докладов VIII международной научной конференции «Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация как форма самоорганизации вещества». Иваново, 24-27 июня 2014г. Иваново: Изд-во Иваново, 2014. С.282.
8. Ульянова, Н.Ю. Изучение каталитической активности цеолитов, содержащих наночастицы и кластеры серебра различного типа. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева // Тезисы докладов Всероссийской молодежной конференции-школы с международным участием «Достижения и проблемы современной химии». Санкт-Петербург, 10–13 ноября 2014г. СПб: Изд-во: Лема, 2014. С.165-166.
9. Ульянова, Н.Ю. Разработка новых материалов на основе цеолитов и наночастиц серебра для решения задач катализа и медицины. / Н.Ю. Ульянова, О.Ю. Голубева // Тезисы докладов «XV Всероссийской молодежной научной конференции с элементами научной школы – «Функциональные материалы: синтез, свойства, применение». Санкт-Петербург, 10-12 декабря 2014 г. СПб: Изд-во: Лема, 2014. С.240-241.



## Патенты

1. Патент РФ на изобретение № 2502259 “Способ получения водорастворимого бактерицидного препарата”, заявка № 2012123787, приоритет изобретения 07 июня 2012., зарегистрировано в Гос. реестре изобретений РФ 27 декабря 2013 г., патентообладатель Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН, авторы Голубева О.Ю., Шамова О.В., Терновая (Ульянова) Н.Ю., Орлов Д.С, Коряков В.Н., Шевченко В.Я., Корнева Е.А.
2. Патент РФ на изобретение № 2507000 “Способ получения синтетического аналога цеолита паулингит”, заявка № 2012151418, приоритет изобретения 30 ноября 2012., зарегистрировано в Гос. реестре изобретений РФ 20 февраля 2014., патентообладатель Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН, авторы Голубева О.Ю., Ульянова Н.Ю., Яковлев А.В.

Диссертация Ульяновой Наталии Юрьевны «Синтез, исследование каталитической и биологической активности цеолитов со структурами Rho, Beta и паулингита, модифицированных наночастицами и кластерами серебра» представляет собой самостоятельно выполненную автором научно-квалификационную работу, результаты которой обеспечивают решение важных экспериментальных и прикладных задач, вносят вклад в развитие физико-химических основ направленного синтеза пористых алюмосиликатов заданных структур, в том числе для решения проблем катализа, медицины, и фармакологии. Она полностью соответствует критериям Положения о порядке присуждения ученых степеней, предъявленным к кандидатским диссертациям.

Диссертация «Синтез, исследование каталитической и биологической активности цеолитов со структурами Rho, Beta и паулингита, модифицированных наночастицами и кластерами серебра» Ульяновой Наталии Юрьевны

рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия

Заключение рассмотрено и одобрено на совместном заседании научно-методических советов «Разработка новых принципов и методов синтеза материалов и химических продуктов (в том числе наноматериалов). Химическая энергетика и экология» и «Исследования в области наночастиц, наноструктур и нанокомпозитов. Гибридные органо-неорганические системы» и научного семинара Лаборатории исследования наноструктур Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук.




Присутствовало на заседании 43 человека, из них 10 докторов наук и 17 кандидат наук.

Результаты открытого голосования: «за» – 41 чел., «против» – нет, «воздержалось» – 2 чел., протокол № 2 от «10» февраля 2015 г.


Заключение рекомендовано к утверждению Ученым советом ИХС РАН от 25.02.2015 г., протокол № 2.

Председатель совместного заседания научно-методических советов ИХС РАН и научного семинара Лаборатории исследования наноструктур

  
(подпись)

Лапшин А.Е., д.х.н., зам. директора по научн. вопросам, зам. заведующего Лабораторией исследования наноструктур

Секретарь заседания

  
(подпись)

Кочина Т.А., д.х.н., проф., зав. Лабораторией кремнийорганических соединений и материалов