

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.226.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КОЛЬСКИЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК», ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 18.12.2025 г. № 33

О присуждении Виноградову Владимиру Юрьевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка способов получения материалов на основе цирконата гадолия и циркона с применением механоактивированного природного и техногенного минерального сырья» по специальности 2.6.7. «Технология неорганических веществ» принята к защите 16 октября 2025 года (протокол заседания № 32) диссертационным советом 24.1.226.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный исследовательский центр «Кольский научный центр Российской академии наук» Минобрнауки РФ (184209, г. Апатиты, Мурманская обл., ул. Ферсмана, 14), утвержденным приказом Минобрнауки Российской Федерации № 548/нк от 01 июля 2019 года.

Соискатель Виноградов Владимир Юрьевич, 16 апреля 1996 года рождения, в 2020 году завершил обучение в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Мурманский государственный технический университет» (по очной форме) по направлению подготовки 04.04.01 «Химия», направленность (профиль) «Неорганическая химия». В период с 14.09.2020 года по 13.09.2024 Виноградов В.Ю. обучался в аспирантуре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» (по очной форме) по направлению подготовки 18.06.01 «Химическая технология», направленность (профиль) 2.6.7 «Технология неорганических веществ». Диплом об окончании аспирантуры по направлению подготовки 18.06.01 «Химические технологии», профиль – 2.6.7 «Технология неорганических веществ» № 105124 1073126 (регистрационный номер 07-186а/24) выдан 28.06.2024 г. Справка № 186.01-

05/05 об обучении и сдаче кандидатских экзаменов выдана 27.09.2024 г. С 2020 года по настоящее время соискатель работает в должности инженера-исследователя Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленного подразделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» (ИХТРЭМС КНЦ РАН), Минобрнауки РФ.

Диссертация выполнена в лаборатории химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленного подразделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» (ИХТРЭМС КНЦ РАН), Минобрнауки РФ.

Научный руководитель – доктор химических наук, доцент, **Калинкин Александр Михайлович**, главный научный сотрудник с исполнением обязанностей по руководству Отделом технологии силикатных материалов ИХТРЭМС КНЦ РАН, г. Апатиты.

Официальные оппоненты:

Богатырева Елена Владимировна, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры цветных металлов и золота Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (НИТУ МИСИС), г. Москва;

Жуков Александр Васильевич, кандидат химических наук, доцент кафедры технологии редких элементов и наноматериалов на их основе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (РХТУ им. Д.И. Менделеева), г. Москва, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук (ИХТТМ СО РАН), г. Новосибирск, в своем положительном отзыве, подписанном Уткиным Алексеем Владимировичем, кандидатом химических наук, старшим научным сотрудником ИХТТМ СО РАН, утвержденном Немудрым Александром

Петровичем, доктором химических наук, членом-корреспондентом РАН, директором ИХТТМ СО РАН, указала, что рассматриваемая диссертация посвящена разработке методов синтеза нанокристаллического цирконата гадолиния ($Gd_2Zr_2O_7$) и церийсодержащих твердых растворов циркона ($((Ce,Zr)SiO_4)$ с использованием механохимических подходов. Синтез проводили с применением реагентов, полученных из сырья Кольского полуострова. Заключительной задачей являлась оценка пригодности синтезированных материалов на основе циркона для иммобилизации радиоактивных отходов путем определения степени выщелачивания церия. Работа имеет существенную теоретическую и практическую значимость: результаты исследования вносят вклад в понимание процессов синтеза функциональных материалов на основе цирконатов и циркона. Практическая ценность подтверждена разработкой эффективных методов получения нанокристаллического $Gd_2Zr_2O_7$ и церийсодержащего циркона с применением механоактивации, позволяющей значительно снизить температуру (на 200-500 °C) и продолжительность синтеза. Получены керамические материалы с высокой плотностью (91-99 %) и улучшенными механическими свойствами, а также запатентован способ иммобилизации церия с использованием промышленных реагентов, включая отходы горно-металлургического производства.

По мнению ведущей организации, представленная диссертационная работа соответствует требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 (в действующей редакции), предъявляемым ВАК РФ к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук. Тема исследования актуальна, полученные результаты обладают научной новизной и практической значимостью, а выводы обоснованы. Автор работы заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7 «Технология неорганических веществ».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации выполнен в соответствии с п. 22, 24 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 в ред. от 25.01.2024 г. № 62) и обоснован их широкой известностью своими достижениями в данной отрасли науки, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность

диссертации.

Соискатель имеет 37 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 27 работ, 6 из которых в изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, а также рекомендованных ВАК для публикации основных результатов кандидатских и докторских диссертаций (общий объем статей – 14 условных печатных листов). По результатам исследований получены два патента РФ: № 2776896 от 28.07.2022 и № 2845070 от 13.08.2025.

Опубликованные работы полностью отражают основные положения диссертационного исследования, в диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах.

Наиболее значимые работы автора по теме диссертации: **1.** Kalinkin A.M., **Vinogradov V.Yu.**, Kalinkina E.V., Nevedomskii V.N. Preparation of nanocrystalline $Gd_2Zr_2O_7$ from mechanically activated coprecipitated precursor // Chemical Papers. – 2019. – V. 74. – P. 1161-1170. Impact factor (IF) 2.50, Scopus Q2, Web of Science (WoS) Q3; **2.** Калинин А.М., **Виноградов В.Ю.**, Калинкина Е.В. Твердофазный синтез нанокристаллического цирконата гадолиния с применением механоактивации // Неорганические материалы. – 2021. – Т. 57, № 2. – С. 189-196. Ядро РИНЦ, ВАК, RSCI. [Kalinkin A.M., Vinogradov V.Y., Kalinkina E.V. Solid-state synthesis of nanocrystalline gadolinium zirconate using mechanical activation // Inorganic Materials. – 2021. – V. 57, № 2. – P. 178-185. IF 0.7, Scopus Q4, WoS Q4]; **3.** **Vinogradov V.Yu.**, Kalinkin A.M. Effect of Carbonization and Mechanical Activation of Coprecipitated Gadolinium and Zirconium Hydroxides on the Synthesis of $Gd_2Zr_2O_7$ // Journal of Siberian Federal University. Chemistry. – 2022. – V. 15, № 2. – P. 161-169. Ядро РИНЦ, ВАК, RSCI, IF 0.4, Scopus Q4, WoS Q4; **4.** **Виноградов В.Ю.**, Касиков А.Г., Калинин А.М. Получение циркона на основе сырья Кольского полуострова с применением механоактивации // Химическая технология. – 2024. – Т. 25, №8. – С. 301-307. Ядро РИНЦ, ВАК, RSCI; **5.** Kalinkin A.M., **Vinogradov V.Yu.** Solid state synthesis of Ce-doped zircon from the mechanically activated CeO_2 - ZrO_2 - SiO_2 mixture // Journal of Nuclear Materials. – 2024. – V. 601. – P. 155350. IF 3.2, Scopus Q1, WoS Q1.

На диссертацию и автореферат поступило 13 отзывов, все отзывы имеют положительную оценку, некоторые содержат замечания и вопросы:

1. Массалимов Исмаил Александрович, доктор технических наук, профессор

кафедры «Физической химии и химической экологии» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий», г. Уфа: без замечаний.

2. Фоменко Елена Викторовна, кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории каталитических превращений малых молекул Института химии и химической технологии центр Сибирского отделения Российской академии наук (ИХХТ СО РАН) – обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук», г. Красноярск: 1. Можно ли увеличить степень включения церия, как имитатора плутония, в полученные матрицы для иммобилизации? 2. Как определялась плотность керамик, как рассчитывалась их относительная плотность? 3. См. раздел «Актуальность работы»: «Хотя эти материалы имеют множество достоинств, такие факторы, как сложность методов синтеза и доступность исходных компонентов, могут сдерживать их массовое применение» построена некорректно и искажает смысл. Очевидно, что под сдерживающим фактором подразумевается труднодоступность и/или дефицит исходного сырья. 4. По тексту автореферата (стр. 12) рисунок 6(б) упоминается прежде, чем рисунок 6(а).

3. Сидоренко Георгий Васильевич, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник Акционерного общества «Радиевый институт имени В.Г. Хлопина» г. Санкт-Петербург: 1. При общей высокой оценке работы можно отметить в качестве замечания не очень понятную логику текста на с. 12: «Потеря массы в области 700-1300 °С для ИП и МП, предположительно указывающая на удаление CO₂, составляет 0.77% и 5.27% соответственно. Принимая во внимание, что содержание CO₂ в ИП и МП отличается только на ~0.6%, очевидно, что МА прекурсора сдвигает удаление CO₂ в область более высоких температур». Если содержание CO₂ различается только на 0.6%, откуда такая разница в потере массы, приписываемой удалению CO₂, и какова взаимосвязь между потерей массы и температурой? Или имеется в виду, что в случае ИП основная масса CO₂ отщепляется ниже 700 °С? Надо четче сформулировать.

4. Косенко Надежда Федоровна, доктор технических наук, профессор кафедры

технологии керамики и электрохимических производств Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Ивановский государственный химико-технологический университет», г. Иваново: 1. При обсуждении ИК-спектров МА-смеси оксидов (с. 9) отмечены полосы валентных колебаний CO_3^{2-} ($1482\text{-}1396\text{ см}^{-1}$), но не проанализировано явное изменение узкой (обычно интенсивной) полосы C-O в области $880\text{-}850\text{ см}^{-1}$. Это же относится к характеристике ИК-спектров на рис. 6 (с. 12). 2. Как автор представляет повышенную стабильность групп CO_3^{2-} (с. 12)? 3. Имеет ли смысл выполнять карбонизацию в сочетании с МА гидроксидного прекурсора, если термообработка и исходного, и МА карбонизированного прекурсоров позволяет получить фазово-чистый нанокристаллический цирконат гадолиния (вывод 4, с. 22)?

5. Лысенков Антон Сергеевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории физико-химического анализа керамических материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук» (ИМЭТ РАН), г. Москва: 1. Неясно, почему керамика состава МП, обожженная при $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ и имеющая плотность 91.3%, обладает наивысшими значениями по микротвердости (таблица 2). 2. Диссертант говорит, что методом ЭИС при 1300 и $1550\text{ }^{\circ}\text{C}$ получена нанокристаллическая керамика $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ из порошков цирконата гадолиния, синтезированных из гидроксидного прекурсора как с применением МА, так и без нее. Но судя по приведенным СЭМ-изображениям нанокристаллическая керамика получена только на образце МП. Также в тексте автореферата не хватает объяснений почему структура образца МП имеет такую необычную структуру с протяженными областями, состоящими из наноразмерных и микронных кристаллитов. Также не хватает сравнения микроструктуры, полученной при разных температурах. 3. Для более детального подхода и сравнения влияния того или иного варианта при синтезе $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$, а также механоактивации на свойства получаемой керамики автору необходимо было провести дилатометрические исследования.

6. Голубева Ольга Юрьева, доктор химических наук, главный научный сотрудник филиала Федерального государственного бюджетного учреждения «Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова – НИЦ «Курчатовский институт» – Института химии силикатов им. И.В.

Гребенщикова, г. Санкт-Петербург: 1. На рисунке 1 (стр. 9) не приводится ИК-спектр исходной смеси без термической обработки и механоактивации, что несколько усложняет восприятие данных. 2. В тексте автореферата отсутствуют данные по РФА-анализу исходных смесей оксидов циркония и гадолиния без механоактивации и термической обработки, что также затрудняет анализ дифрактограмм на рис. 4 (стр. 10). 3. В процессе механоактивации изменяется также размер частиц прекурсора (происходят процессы измельчения и агломерации частиц), что является существенным для таких процессов как спекание. В тексте автореферата не приводятся данные по гранулометрическому составу исходных и механоактивированных материалов.

7. Шарафеев Шариф Мнирович, кандидат технических наук, научный сотрудник научно-исследовательского отдела структурной макрокинетики Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Томский научный центр», г. Томск: 1. Использование терминологии – в российской научной традиции более правильным является использование термина «рефлекс», а не «пик», когда речь идет о рентгеновской дифракции. Также более корректным было бы обозначать результаты рентгеновского эксперимента как «рентгеновская дифрактограмма», а не «рентгенограмма». 2. В автореферате не отображена в явном виде идея объединения в одну работу результатов по синтезу $Gd_2Zr_2O_7$ и $ZrSiO_4$. Выбор данных целевых соединений для получения соответствующей керамики обусловлен только существующей проблематикой сырьевого характера или есть другие причины? 3. Не приведены текстурные (открытая пористость и кажущаяся плотность) характеристики Се-содержащей цирконовой керамики, которая использовалась для исследований по выщелачиванию. В целом, такая информация помимо фазовых изменений при нагреве в значительной степени усилила бы материаловедческую часть главы 7. 4. На графиках не приведен доверительный интервал, что в некоторой степени затрудняет интерпретацию зависимостей и сравнительный анализ. Например, на рис. 8 приведен средний размер кристаллитов для двух разных прекурсоров, который кажется вполне сопоставимым для обоих материалов с учетом точности расчетов по уравнению Шеррера.

8. Мудрук Наталья Владимировна, кандидат технических наук, заведующий научно-организационным отделом, ученый секретарь Акционерного общества

«ГК «Русредмет», г. Санкт-Петербург: 1. В работе отмечается загрязнение продуктов синтеза железом при использовании стальных размольных стаканов мельницы. Проводилась ли автором оценка влияния примеси железа на функциональные свойства материалов? 2. Можно ли дать оценку долговременной стабильности подобных иммобилизационных матриц на основе полученных твердых растворов в широком диапазоне pH (включая агрессивные среды) и температур?

9. Суздалицев Андрей Викторович, доктор химических наук, заведующий научной лабораторией электрохимических устройств и материалов Физико-химического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», г. Екатеринбург: 1. Каким образом планируете проводить исследования, связанные с нанесением и проверкой функционала синтезируемой керамики, например, в качестве покрытия лопаток газотурбинных двигателей? 2. Рис.1. На ИК-спектрах смесей или в описании следовало отметить линии целевых продуктов. К какому соединению относится пик при длине волны около 1600 см^{-1} , сохраняющийся вплоть до $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$? 3. Табл. 1. В работе отмечено, что не вся влага удаляется из реакционной смеси при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, поэтому результаты таблицы желательно уточнить. Вероятно, насыщение карбонатом достигается менее чем за 10 часов барботирования, а увеличение интенсивности линий на рентгенограммах может быть связано с изменением размеров частиц анализируемого материала.

10. Зверева Ирина Алексеевна, доктор химических наук, профессор кафедры химической термодинамики и кинетики Института химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург: 1. Было бы полезно подробнее раскрыть механизм влияния механохимической активации на химические и физические процессы, происходящие при синтезе $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ и $(\text{Zr,Ce})\text{SiO}_4$, например, объяснить особенности изменения скорости кристаллизации. 2. Несмотря на очевидные экологические плюсы использования местных ресурсов, стоило бы отдельно подчеркнуть экологическую безопасность предложенных методов и оценить потенциальное влияние на окружающую среду. 3. Рекомендуется обсудить возможные направления дальнейшего развития технологии, включая

промышленное внедрение и коммерциализацию результатов.

11. Кожухова Наталья Ивановна, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры материаловедения и технологии материалов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова», г. Белгород: 1. Стр. 9. Рис. 1. Хотелось бы получить разъяснения почему полоса для механоактивированной смеси $Gd_2O_3 + ZrO_2$ без прокаливания не указана в диапазоне $2000-500\text{ см}^{-1}$ по аналогии с термически обработанными образцами. 2. Стр. 14. Из формулировки «Порошки $Gd_2Zr_2O_7$, полученные из МП, обладают в 5-7 раз большей площадью поверхности, по сравнению с порошками, полученными из ИП. Это может быть объяснено повышенной гомогенностью МП вследствие механической активации и, следовательно, равномерной кристаллизацией $Gd_2Zr_2O_7$ во время прокаливания прекурсора...», предложенной соискателем, неясно каким образом обусловлена взаимосвязь между степенью равномерности кристаллизации $Gd_2Zr_2O_7$ и удельной поверхностью получаемых порошков. 3. В тексте диссертации выявлены пунктуационные ошибки, на которые соискателю следовало бы обратить внимание при подготовке рукописи.

12. Поляков Евгений Валентинович, доктор химических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией физико-химических методов анализа, главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт химии твёрдого тела Уральского отделения Российской академии наук», г. Екатеринбург: 1. Метод электроискрового спекания неизбежно связан с использованием графитового тигля при высоких температурах и давлениях. В этих условиях Zr- и Si-содержащие фазы склонны к образованию карбидов и оксикарбидов переменного состава, прежде всего на поверхности; не является ли это отрицательным фактором последующего применения ЭИС?

13. Пийр Ирина Вадимовна, доктор химических наук, доцент, главный научный сотрудник лаборатории керамического материаловедения Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук», г. Сыктывкар: 1. В таблице 2 в представленных результатах по плотности образцов вызывает вопрос разнонаправленное изменение значений плотности

в результате механоактивации исходных реагентов при термообработке при 1300 и 1500 °С. Требуется пояснения и величины относительной плотности 91,3 % и микротвердости 15,3 ГПа данного образца, заметно отличающиеся от других.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований: **изучены** варианты синтеза нанокристаллического $Gd_2Zr_2O_7$ и Се-содержащего циркона из техногенного и природного минерального сырья Кольского полуострова с применением механической активации (МА). Впервые прокаливанием механоактивированной смеси Gd_2O_3 и ZrO_2 при температуре 1100-1200°С в течение 3 ч **получен** нанокристаллический $Gd_2Zr_2O_7$ со структурой флюорита, что по сравнению с традиционным твердофазным методом получения этого соединения позволило снизить температуру синтеза на 300-500 °С и сократить продолжительность процесса более чем в 10 раз. **Показано,** что дополнительная карбонизация гидроксидного прекурсора $Gd_2Zr_2O_7$ приводит к разделению Gd и Zr и неполному синтезу $Gd_2Zr_2O_7$ при последующей термической обработке. **Определено,** что термообработка исходного и механоактивированного карбонизированного прекурсоров позволяет получить монофазный нанокристаллический цирконат гадолиния. **Выявлено,** что методом электроискрового спекания (ЭИС) при 1300 и 1550 °С может быть получена нанокристаллическая керамика $Gd_2Zr_2O_7$ с повышенными механическими свойствами (микротвердостью до 15 ГПа, модулем Юнга до 298 ГПа и относительной плотностью до 99%) за счет применения предварительной МА. **Исследовано** фазообразование при прокаливании в области температур 1200-1500 °С смеси оксидов реактивной чистоты ($SiO_2 \cdot nH_2O + ZrO_2 + CeO_2$), механоактивированной в центробежно-планетарной мельнице (ЦПМ) АГО-2. **Установлено,** что применение МА смеси оксидов в течение 10 мин позволяет снизить температуру синтеза твердых растворов $(Zr_{1-x}Ce_x)SiO_4$ на 200-400 °С и сократить время синтеза в 20 раз по сравнению с традиционным твердофазным методом, а также повысить степень иммобилизации Се как аналога Pu до 6,4 ат.%. **Разработан** метод количественного фазового анализа прокаленных образцов, основанный на составе шихты, параметрах кристаллических решеток твердых растворов и правиле Вегарда. Доказана возможность применения ZrO_2 , полученного из бадделеитового концентрата (БК) ОАО «Ковдорский ГОК» и $SiO_2 \cdot nH_2O$,

выделенного из отвального шлака медно-никелевого производства комбината «Печенганикель» Кольской ГМК, для получения циркона и твердых растворов на его основе с повышенным содержанием Се.

Разработаны и запатентованы технические аспекты твердофазного способа получения циркона, содержащего изоморфную примесь церия. Данный способ позволяет получить Се-содержащие твердые растворы на основе циркона с применением механоактивации, обеспечивающей повышение показателя степени иммобилизации Се до 6,4 ат.% при смягчении условий термической обработки.

Теоретическая значимость исследования заключается в том, что: **выявлены и интерпретированы** фазовые и структурные превращения механоактивированных композиций на основе оксидов и гидроксидов циркония и гадолиния, оксидов кремния и церия в широком интервале температур (от комнатной до 1500 °C), которые **вносят** весомый вклад в понимание процессов, протекающих при получении функциональных материалов на основе цирконатов РЗЭ и циркона; **доказано**, что прокаливанием стехиометрической механоактивированной смеси Gd_2O_3 и ZrO_2 синтезирован нанокристаллический $Gd_2Zr_2O_7$ со структурой флюорита при снижении температуры синтеза и его продолжительности; **установлены** оптимальные условия синтеза нанокристаллического порошка $Gd_2Zr_2O_7$ на основе гидроксидного прекурсора, в том числе с применением МА; **выявлены** условия МА и ЭИС, позволяющие получить нанокристаллическую керамику $Gd_2Zr_2O_7$ с плотностью 91-99 % от теоретической и микротвёрдостью (6-15 ГПа). **Применительно к проблематике диссертации результативно, с получением обладающих новизной результатов, показано** влияние МА смеси Gd_2O_3 и ZrO_2 , в том числе с применением ZrO_2 , выделенного из БК, на образование нанокристаллического $Gd_2Zr_2O_7$ со структурой флюорита с выходом близким к 100 %, при этом **определено**, что применение МА способствует снижению температуры прокаливания на 300-500 °C и его длительности, более, чем на порядок, в сравнении с классическим твердофазным способом. **Установлены** закономерности влияния МА и карбонизации гидроксидного прекурсора на фазообразование при термообработке с целью определения оптимальных условий получения нанокристаллического $Gd_2Zr_2O_7$. **Проведено** сравнительное исследование микроструктуры и механических свойств керамик цирконата гадолиния,

полученных методом ЭИС из гидроксидных прекурсоров, синтезированных без и с использованием МА, в рамках которого **изложены** закономерности влияние МА и условий ЭИС на повышение микротвердости, модуля Юнга и плотности нанокристаллических керамик $Gd_2Zr_2O_7$. **Изучено** фазообразование при термической обработке МА-смесей оксидов циркония, кремния и церия в интервале температур 1100-1500 °С.

Экспериментальные результаты, полученные методами рентгенофазового, термогравиметрического и дифференциально-термического анализов, оптической спектроскопии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, химического анализа, анализа цифровых изображений, измерения параметров удельной поверхности, плотности, механических свойств цирконийсодержащих композиций на основе цирконата гадолиния и циркона, степени иммобилизации и скорости выщелачивания церия из цирконовых керамик **интерпретированы** на высоком научном уровне.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики определяется **разработкой** твердофазного способа получения церийсодержащих твердых растворов на основе циркона с применением МА. **Показана** возможность получения церийсодержащих твердых растворов на основе циркона с высоким выходом с применением ZrO_2 , выделенного из БК АО «Ковдорский ГОК», и микрокремнезема из отвального шлака комбината «Печенганикель» Кольской ГМК. Предложенный способ позволяет повысить степень иммобилизации церия в цирконовой матрице с 5,0 до 6,4 ат.% при пониженных (на 200-400 °С) температурах и меньшей (в 20 раз) продолжительности термической обработки в сравнении с традиционным твердофазным методом.

Оценка достоверности результатов исследования обеспечена: корректным применением современных методик и методов исследования; использованием статистической обработки данных; многократным повторением экспериментов и их воспроизводимостью; согласованием результатов, полученных независимыми методами; а также публикациями в ведущих отечественных и зарубежных журналах.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном и активном участии при выполнении всех экспериментальных этапов работы. Автор принимал участие в постановке задач исследования и экспериментов, в

обосновании методических подходов и их корректировке, в планировании экспериментов, в получении и анализе экспериментальных данных, в подготовке публикаций по теме диссертации. Результаты, приведенные в данной диссертационной работе, неоднократно докладывались соискателем на конференциях различного уровня.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

1. Отсутствие в докладе и автореферате фазовых диаграмм оксидных систем.
2. Выполнен обширный объем работы, на основании которого следовало бы разработать критерии контроля и прогноза качества получаемого продукта.
3. Целесообразно было бы дополнить работу описанием режима спекания таблеток, а также привести их основные характеристики, которые влияют на кинетику процесса.

Соискатель Виноградов Владимир Юрьевич согласился с частью замечаний, ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Виноградова Владимира Юрьевича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденном Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 в редакции от 25 января 2024 г. № 62.

На заседании 18 декабря 2025 года, проходившем в удаленном интерактивном режиме, диссертационный совет принял решение – за новые научно обоснованные технические, технологические разработки и решение научных и практических задач, связанных с рациональным использованием техногенного и природного минерального сырья для синтеза эффективных функциональных материалов, перспективных для применения в высокотехнологичных отраслях промышленности, присудить Виноградову Владимиру Юрьевичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.7 «Технология неорганических веществ».

При проведении тайного электронного голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 6 докторов наук по специальности 2.6.7

Struck

81

Т.Ю. Прохорова