ОТЗЫВ

официального рецензента на диссертационную работу

Жұмаділ Қайырғали Мұратұлы на тему «Разработка технологии синтеза алюминированных карбидов титана как основного прекурсора для получения 2D материала MXene», предоставленную на соискание степени доктора философии (PhD)по специальности «8D07102 – Химическая инженерия»

№ п/п	Критерии	Соответствие критериям (подчеркнуть один из вариантов ответа)	Обоснование позиции официального рецензента (замечания выделить курсивом)
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам:	Диссертационная работа выполнена в рамках проекта государственного грантового финансирования AP14871554 «Оптимизация инновационного метода синтеза алюминированных карбидов титана как основного материала для получения 2D Mxene материалов (Ti_3C_2, Ti_2C) и BR27198753 «Введение культуры утилизации батарей в Казахстане и разработка технологий извлечения ценных компонентов из отработанных Li-ионных аккумуляторов, включая «зеленые» технологии».
		1) диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы);	
		2) диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы);	
		3) диссертация соответствует приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление).	
2.	Важность для науки	Работа **вносит**/не вносит существенный вклад в науку, а ее важность **хорошо раскрыта**/не раскрыта.	Диссертационная работа вносит существенный вклад в развитие материаловедения и технологий получения двумерных материалов семейства MXene. В

			работе решена актуальная научная задача по оптимизации синтеза алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC, являющихся ключевыми прекурсорами для получения MXene-материалов, востребованных в современных энергетических и электрохимических устройствах. Важность исследования обусловлена практической направленностью результатов, связанных с повышением выхода целевых продуктов, снижением себестоимости синтеза и возможностью масштабирования технологии.
3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности: 1) **высокий**; 2) средний; 3) низкий; 4) самостоятельности нет.	Диссертационная работа выполнена на высоком уровне самостоятельности. Автором проведены анализ научной литературы, постановка целей и задач исследования, разработка экспериментальных подходов, оптимизация параметров синтеза MAX-фаз Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC, а также интерпретация полученных результатов.
4.	Принцип внутреннего единства	4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) **обоснована**; 2) частично обоснована;	Актуальность диссертационной работы обоснована в полной мере и логически вытекает из современных тенденций развития

		3) не обоснована.	науки и техники в области функциональных материалов и систем накопления энергии. Автор убедительно показывает возрастающий интерес к двумерным материалам семейства MXene, а также существующие ограничения, связанные с высокой стоимостью и сложностью получения их прекурсоров - MAX-фаз. Поставленные цель и задачи исследования непосредственно направлены на решение выявленных научно-технических проблем и согласуются с содержанием выполненной работы.
		4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации:	В работе последовательно рассмотрены вопросы выбора прекурсоров, оптимизации параметров синтеза MAX-фаз Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC, получения на их основе MXene-материалов, изучения их физико-химических и электрохимических свойств, а также вопросы масштабирования технологии и оценки её экономической эффективности. Результаты непосредственно связаны с тематикой разработки технологии синтеза алюминированных карбидов
		1) **отражает**;	
		2) частично отражает;	
		3) не отражает.	

			титана как прекурсоров для MXene.
		4.3. Цель и задачи соответствуют теме диссертации:	Цель работы заключается в оптимизации технологии синтеза алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC как основных прекурсоров для получения двумерных MXene-материалов, что непосредственно отражает содержание диссертации. Сформулированные задачи охватывают все ключевые этапы исследования: выбор прекурсоров, оптимизацию параметров синтеза, получение MXene, исследование их свойств, масштабирование процесса и оценку экономической эффективности.
		1) **соответствуют**;	
		2) частично соответствуют;	
		3) не соответствуют.	
		4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны:	Все разделы и положения диссертационной работы логически взаимосвязаны и образуют целостную, последовательно развивающуюся научную работу. Структура исследования выстроена таким образом, что каждый последующий раздел вытекает из результатов предыдущего и обеспечивает раскрытие поставленной цели. Экеспериментальные исследования и анализ
		1) **полностью взаимосвязаны**;	
		2) взаимосвязь частичная;	
		3) взаимосвязь отсутствует.	

			полученных данных взаимно дополняют друг друга. Логическая связь между этапами работ позволяет смотреть на диссертацию как на единое завершённое научное исследование.
		4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями:	Предложенные автором новые научно-технические решения, являются достаточно аргументированными и обоснованными. В работе проведено сравнение разработанных методов с известными подходами, применяемыми в мировой практике синтеза MAX-фаз, что позволяет объективно оценить их преимущества и ограничения. Показано, что предложенные решения обеспечивают повышение выхода целевых фаз, улучшение структурной однородности и снижение технологических затрат. Проведённый анализ себестоимости полученного продукта, с использованием оптимизированных параметров процесса синтеза, в условиях рыка Казахстана, свидетельствует о перспективности его применения.
		1) **критический анализ есть**;	
		2) анализ частичный;	
		3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов;	
		4) анализ отсутствует.	

5.	Принцип научной новизны	5.1 Научные результаты и положения являются новыми?	Научная новизна полученных результатов и положений подтверждается. В работе впервые предложен и реализован комплексный подход к оптимизации синтеза алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC с использованием казахстанского сырья. Систематически установлены зависимости между технологическими параметрами синтеза как: температура, время выдержки, состав реакционной смеси и условия прессования которые влияют на фазовый состав получаемых материалов, что позволило выявить оптимальные условия синтеза.
		1) **полностью новые**;	
		2) частично новые (новыми являются 25-75%);	
		3) не новые (новыми являются менее 25%).	
		5.2 Выводы диссертации являются новыми?	Выводы диссертационной работы являются полностью новыми и основаны на результатах систематической оптимизации процессов синтеза MAX-фаз Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC, с анализом данных, полученных методом РФА, а также последующего получения MXene-материалов. не повторяют
		1) **полностью новые**;	
		2) частично новые (новыми являются 25-75%);	
		3) не новые (новыми являются менее 25%).	
		5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными:	Новизна и обоснованность технических и технологических решений подтверждается

		1) **полностью новые**;	разработкой и практической реализацией комплексной технологии синтеза алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC с использованием оптимизированных условий, адаптированных к применению местного сырья. Технологическая значимость проекта подтверждается актом внедрентя в научно-исследовательскую деятельность ТОО «Институт аккумуляторов», где подтверждена применимость синтезированного материала Ti_3AlC_2 для получения MXene с электрохимическими свойствами, не уступающими коммерческим аналогам. Экономическая обоснованность разработанных решений подтверждается снижением зависимости от дорогостоящих импортных прекурсоров и возможностью использования сырья казахстанского происхождения. Подтверждена масштабируемость процесса исследуемого синтеза.
		2) частично новые (новыми являются 25-75%);	
		3) не новые (новыми являются менее 25%).	

6.	Обоснованность основных выводов	Все основные выводы **основаны**/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы (для qualitative research (куолитатив ресеч) и направлений подготовки по искусству и гуманитарным наукам).	Обоснованность выводов подтверждается результатами анализов, полученных с использованием передовых методов исследования, как XRD, SEM, лазерного анализатора размера частиц, и электрохимических станций. Полученные выводы подкреплены сравнительным анализом с литературными данными и существующими технологическими решениями.
7.	Основные положения, выносимые на защиту	Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: Положение 1: Оптимальными параметрами синтеза фазы Ti_3AlC_2 являются: смесь прекурсоров TiC–Ti–Al, прессование реакционной смеси в таблетки, температура синтеза 1350 °C, время выдержки образца в печи 2 ч, наличие защитного покрытия Al_2O_3 и 60 %-ный избыток алюминия, при которых фазовая чистота продукта достигает 91,2 %.	Положение доказано результатами экспериментов, не является тривиальным, полностью новое. Уровень применения - широкий, поскольку установленные параметры синтеза Ti_3AlC_2 могут быть использованы в научных исследованиях, при разработке технологий получения других MAX-фаз и MXene-материалов, а также при масштабированном производстве. Положение не подтверждается опубликованными результатами.
		7.1 Доказано ли положение?	
		1) **доказано**;	
		2) скорее доказано;	
		3) скорее не доказано;	
		4) не доказано;	
		5) в текущей формулировке проверить доказанность положения невозможно.	
		7.2 Является ли тривиальным?	
		1) да;	
		2) **нет**;	

		3) в текущей формулировке проверить тривиальность положения невозможно.	
		7.3 Является ли новым?	
		1) **да**;	
		2) нет;	
		3) в текущей формулировке проверить новизну положения невозможно.	
		7.4 Уровень для применения:	
		1) узкий;	
		2) средний;	
		3) **широкий**;	
		4) в текущей формулировке проверить уровень применения положения невозможно.	
		7.5 Доказано ли в статье?	
		1) да;	
		2) **нет;**	
		3) в текущей формулировке проверить доказанность положения в статье невозможно.	
		Положение 2: Оптимальными параметрами синтеза фазы Ti_2AlC являются: смесь прекурсоров Ti–C–Al_4C_3, загрузка реакционной смеси в виде порошка, температура 1350 °C и время выдержки 2 ч, при которых фазовая чистота продукта достигает 71,3 %.	Положение является доказанным, основано на результатах экспериментальной оптимизации параметров синтеза Ti_2AlC и подтверждено данными фазового анализа, представленными в опубликованной статье. Не является тривиальным и обладает научной новизной, так как оптимальное сочетание прекурсоров Ti–C–Al_4C_3, формы загрузки смеси и режимов синтеза было установлено впервые. Полученные результаты
		7.1 Доказано ли положение?	
		1) **доказано;**	
		2) скорее доказано;	
		3) скорее не доказано;	
		4) не доказано;	
		5) в текущей формулировке проверить доказанность положения невозможно.	
		7.2 Является ли тривиальным?	
		1) да;	

		2) **нет**;	имеют широкий уровень применения, результаты которых подтверждены в опубликованной статье.
		3) в текущей формулировке проверить тривиальность положения невозможно.	
		7.3 Является ли новым?	
		1) **да**;	
		2) нет;	
		3) в текущей формулировке проверить новизну положения невозможно.	
		7.4 Уровень для применения:	
		1) узкий;	
		2) средний;	
		3) **широкий**;	
		4) в текущей формулировке проверить уровень применения положения невозможно.	
		7.5 Доказано ли в статье?	
		1) **да**;	
		2) нет;	
		3) в текущей формулировке проверить доказанность положения в статье невозможно.	
		Положение 3: MXene $Ti_3C_2T_x$, полученный из синтезированной фазы Ti_3AlC_2, в 6 М растворе NaOH при скорости развертки 5 мВ/с демонстрирует кулоновскую эффективность 99,8 % в течение 1000 циклов.	Положение является доказанным, поскольку подтверждено результатами электрохимических испытаний MXene $Ti_3C_2T_x$, полученного из синтезированной фазы Ti_3AlC_2, и демонстрирует высокую кулоновскую эффективность 99,8 % после 1000 циклов работы. Оно не является тривиальным и обладает научной новизной, так как впервые установлена высокая циклическая стабильность
		7.1 Доказано ли положение?	
		1) **доказано;**	
		2) скорее доказано;	
		3) скорее не доказано;	
		4) не доказано;	
		5) в текущей формулировке проверить доказанность положения невозможно.	
		7.2 Является ли тривиальным?	

		1) да;	материала, полученного из разработанного прекурсора, в 6М растворе NaOH. Полученные результаты подтверждены в опубликованной статье и имеют широкий уровень применения при разработке электродных материалов для суперконденсаторов и других систем накопления энергии.
		2) **нет**;	
		3) в текущей формулировке проверить тривиальность положения невозможно.	
		7.3 Является ли новым?	
		1) **да**;	
		2) нет;	
		3) в текущей формулировке проверить новизну положения невозможно.	
		7.4 Уровень для применения:	
		1) узкий;	
		2) средний;	
		3) **широкий**;	
		4) в текущей формулировке проверить уровень применения положения невозможно.	
		7.5 Доказано ли в статье?	
		1) **да**;	
		2) нет;	
		3) в текущей формулировке проверить доказанность положения в статье невозможно.	
8.	Принцип достоверности.	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно подробно описана:	Выбор методологии в диссертационной работе является обоснованным и соответствует цели и задачам исследования в области синтеза MAX-фаз и получения MXene-материалов. Методология описана достаточно подробно, что обеспечивает воспроизводимость результатов и корректность их интерпретации.
	Достоверность источников и предоставляемой информации	1) **да**;	
		2) нет.	

		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий:	Полученные в диссертационной работе результаты основаны на применении современных экспериментальных методов материаловедения и физико-химического анализа, включая XRD, SEM, лазерный анализ размера частиц, и потенциостата/гальваностата.
		1) **да**;	
		2) нет.	
		8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента):	Теоретические выводы, сформулированные в диссертационной работе, подтверждены результатами экспериментальных исследований, проведённых в ходе синтеза MAX-фаз и получения MXene-материалов. Корреляция между параметрами синтеза (температура, время выдержки, состав прекурсоров, условия прессования и защитные меры) и характеристиками конечного продукта подтверждена экспериментально, что обеспечивает достоверность выявленных взаимосвязей.
		1) **да**;	
		2) нет.	
		8.4 Важные утверждения **подтверждены**/частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.	Важные утверждения диссертационной работы подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу, включая современные исследования в области синтеза MAX-фаз,

			получения MXene-материалов и их функционального применения.
		8.5 Использованные источники литературы **достаточны**/не достаточны для литературного обзора.	Использованные источники литературы являются достаточными для выполнения полноценного и обоснованного литературного обзора. Количество используемых цитируемых работ в работе составляет 126.
9	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение:	Теоретическое значение диссертационной работы ограничено, поскольку основное внимание в исследовании сосредоточено на решении прикладных задач, связанных с разработкой технологии синтеза MAX-фаз Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC и получением на их основе MXene-материалов. Работа направлена преимущественно на оптимизацию технологических параметров, повышение выхода целевых фаз и улучшение практических характеристик материалов, а не на формирование новых фундаментальных теоретических моделей или концепций.
		1) да;	
		2) **нет**.	

		9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике:	Диссертационная работа обладает выраженной практической значимостью, поскольку в ней разработаны и оптимизированы технологические подходы к синтезу алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC. Высокая вероятность практического применения результатов обусловлена использованием доступных сырьевых компонентов, включая материалы казахстанского происхождения, а также возможностью масштабирования разработанной технологии до пилотного и промышленного уровней. Следует также отметить, что работа выполнена в рамках обучения по образовательной программе 8D07102 «Химическая инженерия», что подчеркивает её прикладную направленность, соответствующих профилю подготовки докторанта.
		1) **да**;	
		2) нет.	
		9.3 Предложения для практики являются новыми:	Предложения для практического применения результатов диссертационной работы являются новыми и основаны на разработанных технологических режимах синтеза
		1) **полностью новые**;	
		2) частично новые (новыми являются 25-75%);	
		3) не новые (новыми являются менее 25%).	

			алюминированных карбидов титана Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC, а также подходах к получению MXene-материалов с заданными свойствами. Предложенные рекомендации ориентированы на внедрение в лабораторную и опытно-промышленную практику и могут быть использованы при разработке технологических регламентов получения MAX- и MXene-материалов.
10.	Качество написания и оформления	Качество академического письма: 1) **высокое**; 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.	Качество академического письма выполнено на высоком уровне и соответсвует нормам и требованиям, предъявляемым к диссертационным работам.
11.	Замечания к диссертации	1. В работе показано, что фазовая чистота Ti_2AlC составляет 71,3 %, что значительно ниже, чем для Ti_3AlC_2. При этом для Ti_2AlC выбран состав Ti : C : Al_4C_3, тогда как система TiC : Ti : Al предоставляла смесь фаз. С чем связано решение остановиться на системе с не высоким выходом целевого продукта? Рассматривалась ли возможность дополнительной очистки Ti_2AlC для повышения чистоты перед получением MXene? 2. Сравнение электрохимических свойств синтезированных и коммерческих MXene проводилось при одной скорости развёртки (5 мВ/с). В то же время известно, что при различных скоростях сканирования емкость маетериала может существенно меняться. Планировалось ли проведение сравнительных испытаний при варьировании скорости (например, от 2 до 100 мВ/с) для более полной оценки различий в поведении между синтезированными и коммерческими образцами?	

		3. При увеличении загрузки до 100 г выход Ti_3AlC_2 снижается с 91,2 % до 84,8 %. Это связано с ухудшением теплообмена и диффузии. Какие конкретные технологические решения были предложены для сохранения высокого выхода при переходе к промышленным масштабам? Проводились ли оценочные расчёты выхода продукта для загрузок более 100 г? 4. В расчёте себестоимости синтеза 1 г MAX-фазы учтены затраты на прекурсоры, электроэнергию, газы и труд. Однако отсутствует амортизация дорогостоящего оборудования (высокотемпературная печь, шаровая мельница, вакуумный шкаф). Каково будет влияние включения амортизационных расходом на итоговую стоимость? 5. В полученных MAX-фазах присутствует примесь Al_2O_3 (до 8,8 %). Как наличие этой примеси влияет на качество и электрохимические характеристики получаемого MXene? Возможно ли использование более глубокого травления или дополнительной стадии очистки для удаления Al_2O_3? 6. Чем было обусловлено рассмотрение замещения алюминия оловом во время синтеза, и какие технологические или структурные эффекты это позволило выявить или улучшить в процессе формирования MAX-фаз?
12.	Научный уровень статей докторанта по теме исследования (в случае защиты диссертации в форме серии статей официальные рецензенты комментируют научный уровень каждой статьи докторанта по теме исследования)	Научный уровень опубликованных статей докторанта по теме диссертационного исследования оценивается как высокий, что подтверждается их публикацией в рецензируемых международных и отечественных научных журналах, а также содержанием выполненных исследований. 1. В статье “Multilevel optimization of Ti_2AlC synthesis process using precursors of Kazakhstan origin” представлены результаты комплексной многокритериальной оптимизации процесса синтеза Ti_2AlC с использованием сырья казахстанского происхождения. Работа имеет выраженную прикладную направленность, содержит оригинальные экспериментальные данные и демонстрирует научно обоснованный подход к повышению выхода целевой MAX-фазы. 2. Публикация “A practical guide for separator selection, characterization, and electrochemical evaluation for supercapacitor application” выполнена на высоком уровне и представляет собой обзорно-методическую работу, систематизирующую современные подходы к выбору и характеристике сепараторов для суперконденсаторов. В качестве примера работы суперконденсатора и влияния на него мембраны, в статье использован суперконденсатор на основе MXene – материала, полученного в результате данной исследовательской работы.

		3. Статья “Boosting the capacity of MXene electrodes in neutral aqueous electrolytes” опубликована в высокорейтинговом международном журнале (Q1, IF = 7.3) и содержит значимые результаты по повышению электрохимической ёмкости электродов на основе MXene. Работа отличается высоким научным уровнем, применением современных экспериментальных методов и глубокой интерпретацией электрохимических процессов, что подтверждает актуальность и международную значимость исследований. 4. В статье “Enhancing electrochemical performance of $LaNi_5$ anodes using MXene as a multifunctional additive for Ni-MH batteries” представлены новые данные по применению MXene в качестве функциональной добавки для улучшения характеристик анодов Ni-MH аккумуляторов. Работа характеризуется высокой степенью научной новизны, междисциплинарным подходом и подтверждённой экспериментальной обоснованностью полученных результатов.
13.	Решение официального рецензента (согласно пункту 28 настоящего Типового положения)	Диссертационная работа на тему «Разработка технологии синтеза алюминированных карбидов титана как основного прекурсора для получения 2D материала MXene», выполнена в полном объёме и соответствует всем требованиям, предъявляемых к диссертационным работам PhD, а автор Жұмаділ Қайырғали Мұратұлы заслуживает присуждения степени доктора философии (PhD) по образовательной программе «8D07102 – Химическая инженерия».

PhD, Профессор, ведущий научный сотрудник
ЧУ "Institute of New Materials and Energy Technologies"
Nazarbayev University

Кадрлық құжаттар үшін

Султанов Фаиль Разифович