

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Кукушкина Дмитрия Юрьевича на тему:

«Разработка физико-технических основ электроимпульсного метода синтеза наночастиц металлов и сплавов в жидкой диэлектрической среде»,

представленной на соискание ученой степени по специальности 05.27.06 - Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники, состоявшейся в НИТУ «МИСиС» 23.12.2019 г.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» 14.10.2019 г., Протокол №12.

Диссертация выполнена на кафедре «Радиоэлектроника, телекоммуникации и нанотехнологии» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ)».

Научный руководитель – доктор технических наук, Лауреат премии Правительства РФ, Почетный работник высшего профессионального образования, профессор Слепцов Владимир Владимирович – работает заведующим кафедрой «Радиоэлектроника, телекоммуникации и нанотехнологии» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ)».

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» (Протокол № 12 от 14.10.2019 г.) в составе:

1. Кожитов Лев Васильевич – доктор технических наук, профессор, кафедра технологии материалов электроники НИТУ «МИСиС».
2. Мурашов Виктор Николаевич – доктор технических наук, профессор, кафедра полупроводниковой электроники и физики полупроводников НИТУ «МИСиС».
3. Астахов Михаил Васильевич – доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой физической химии НИТУ "МИСиС".
4. Панфилов Юрий Васильевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой электронные технологии в машиностроении МГТУ им. Н.Э. Баумана.
5. Белянин Алексей Федорович – доктор технических наук, профессор, начальник отдела ИТО «Радиофотоника» АО «Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш».

В качестве ведущей организации рекомендуется Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработаны физико-технические основы процесса формирования импульсного разряда в электродном разрядном промежутке, помещенном в диэлектрическую среду (дистиллированная вода, этиловый спирт, глицерин). Разработана и

изготовлена электроимпульсная установка получения наночастиц металлов (Ag, Ti, Ni, Cu-Co) в жидкой диэлектрической среде;

- предложен новый метод синтеза наночастиц в жидкой диэлектрической среде в результате эрозии электродных материалов под воздействием наносекундных импульсов, возникающих в газовом пузырьке, находящемся в жидкой диэлектрической среде. Метод позволяет получать наночастицы металлов с заданными свойствами, высокой чистотой и сохранять их в жидкой среде без использования поверхностно-активных веществ (ПАВ). Определены режимы работы установки, обеспечивающие получение наночастиц серебра со средним размером 10 нм, с узким распределением по размерам и высокой временной стабильностью в растворе, а также наночастицы никеля, титана и сплавов (медь - кобальт);
- доказана перспективность использования наносекундных импульсов в локальных микрообъемах проводника, находящегося в электрической цепи с разрядным промежутком для формирования наночастиц металлов в жидкой среде. Исследованы их электрофизические и биологические свойства. Показано, что наночастицы серебра имеют электрический заряд, кристаллическую структуру и обладают бактерицидными свойствами при концентрациях от 10 мг/литр и выше при распределении частиц по размерам в диапазоне от 5 нм и до 50 нм;
- разработана лабораторная технология модификации порового пространства углеродных материалов с удельной поверхностью более 1000 м²/г, которая позволяет наносить тонкие слои никеля на поверхность ткани типа Бусофит и серебра, в виде усов (нитей), дендритов, наночастиц и мостиков, обеспечивающая снижение внутреннего сопротивления конденсаторов на двойном электрическом слое с удельной энергоёмкостью 15-20 Вт*ч/кг. Наименьшее внутреннее сопротивление (~0,45 Ом) достигается при осаждении наночастиц серебра при использовании переменного напряжения 20В.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказана и физически обоснована идея уменьшения времени электрического импульса на различных этапах его развития (от первичного импульса на воздушном промежутке до конечного импульса на разрядном промежутке) за счет варьирования ёмкости конденсатора в колебательном контуре и свойств жидкой диэлектрической среды. Экспериментально показано, что первичный миллисекундный импульс с задающего конденсатора превращается в наносекундный импульс в разрядном промежутке. Предложенное техническое решение обеспечило повышение эффективности использования выбранных материалов электродов для получения наночастиц в жидкой среде;
- результативно использованы электронная сканирующая и просвечивающая микроскопия, сканирующая туннельная микроскопия, спектрометры динамического и статического рассеяния света. Показано, что наночастицы состоят из кристаллического серебра, без заметной примеси оксидов и солей, имеют средний размер частиц 10 нм. Разработана методика контроля концентрации растворов наночастиц серебра на базе поверхностного плазмонного резонанса;

- установлено влияние конструктивных и технологических параметров (длительность разрядного импульса, величины разрядного промежутка и амплитуды напряжения на электродах) получения наночастиц серебра на распределение частиц по размерам, а также седиментационную устойчивость гидрозолей серебра. Основным преимуществом разработанной электроимпульсной установки является возможность получения наночастиц из чистых металлов за счет замены электродных материалов;
- разработан процесс модификации наночастицами серебра и никеля порового пространства углеродных материалов с удельной поверхностью более $1000 \text{ м}^2/\text{г}$ для снижения внутреннего сопротивления конденсаторов на двойном электрическом слое;
- установлены особенности воздействия серебра на клеточные структуры, находящиеся на разных типах поверхности с целью биозащиты, как для изделий микроэлектроники, так и для особочистых технологических помещений.

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

- разработан электроимпульсный метод получения металлических наночастиц в жидкой среде, создано опытно-промышленное оборудование. Оборудование и технология производства гидрозоля серебра с концентрацией 35-50 мг/литр внедрены на предприятии ООО Аргентех, г.Вологда. Результаты выполненной работы используются в учебном процессе курса лекций «Наноматериалы и нанотехнологии в производстве изделий электронной техники»;
- представлены рекомендации по применению коллоидных растворов металлов для решения различных практических задач. Для электроники, в части создания встроенных источников тока и технологий защиты электронных средств от биокоррозии, а также биотехнологии, в части создания биоцидных материалов без мутагенного воздействия на клеточные структуры;
- диссертационная работа выполнена в рамках ПНИЭР «Исследование и разработка конструктивно-технологических решений, обеспечивающих создание систем накопления электрической энергии с удельной энергоёмкостью 220-500 Вт*ч/кг и выше для трубопроводного транспорта» выполняемой при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России. Соглашение о предоставлении субсидии №14.577.21.0275 от 26.09.2017 г. Уникальный идентификатор работ (проекта) RFMEFI57717X02753.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;
- идеи, использованные в диссертации, базируются на анализе экспериментальных материалов и передового опыта в области получения наночастиц;
- использованы как аналитические, так и расчетные данные других авторов, которые совпадают с экспериментальными исследованиями, полученными в диссертационной работе.

Личный вклад соискателя состоит в том, что результаты, составившие основу диссертации, получены лично автором или при его определяющем участии. Автором выполнен анализ современного состояния в области получения наночастиц материалов и применения данных материалов, совместно с научным руководителем выбраны направления исследования, сформулированы задачи и намечены пути их решения для получения наночастиц металлов с заданными свойствами. Автор принимал непосредственное участие в проектировании электро-импульсной установки для синтеза наночастиц в жидкой среде, проводил измерения полученных растворов, принимал участие в разработке и сборке рулонной установки нанесения металлических наночастиц, модифицировал углеродные пористые материалы наночастицами металлов, занимался сборкой экспериментальных ячеек накопителей энергии на двойном электрическом слое, проводил измерения полученных образцов и обработку результатов, готовил образцы для биологических исследований.

Материалы диссертации опубликованы в 31 научной работе, из них: 7 в изданиях, входящих в рекомендуемый перечень ВАК РФ и 9 – в изданиях, входящих в базы Web of Science, Scopus.

Пункт 2.6 Положения присуждения ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук НИТУ «МИСиС» соискателем ученой степени не нарушен.

Диссертация Кукушкина Д.Ю. соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС», так как в ней, на основании выполненных автором исследований, содержится решение задачи, имеющей существенное значение в области наноматериалов и нанотехнологий для электроники и биотехнологии. Для электроники, в части создания встроенных источников тока и технологий защиты электронных средств от биокоррозии, а также биотехнологии, в части создания биоцидных материалов без мутагенного воздействия на клеточные структуры. Полученные в работе результаты имеют важное научное значение и являются перспективными в решении практических задач, в частности, создания технологий накопления, хранения и транспорта электрической энергии, а также создания биоцидных материалов для профилактической медицины и защиты электронных средств от биокоррозии.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Д.Ю. Кукушкину ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.27.06 - Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 5 человек, участвовавших в заседании, из 5 (пяти) человек, входящих в состав комиссии, проголосовали: за - 5, против - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Председатель Экспертной комиссии



подпись

Л.В. Кожитов

23.12.2019