

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

диссертационного совета Д 212.141.17 на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» Министерства образования и науки Российской Федерации по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 25 января 2017 г. № 1

О присуждении Степановой Кристине Вячеславовне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Нанопористые анодно-оксидные пленки на порошковом сплаве титан-алюминий» по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния принята к защите 26 октября 2016 года, протокол № 21, диссертационным советом Д 212.141.17 на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» Министерства образования и науки Российской Федерации, 105005, г. Москва, ул. 2-ая Бауманская, 5, приказ № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Степанова Кристина Вячеславовна 1985 года рождения.

В 2009 году соискатель окончила с отличием государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Карельский государственный педагогический университет», в 2011 году с отличием окончила магистратуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Петрозаводский государственный университет. С 2012 г. по 2016 г. обучалась в аспирантуре по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния по очной форме обучения в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Петрозаводский государственный университет».

В настоящее время соискатель работает инженером проблемной лаборатории «Физика наноструктурированных оксидных пленок и покрытий» физико-технического института федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Петрозаводский государственный университет» Министерства образования и науки Российской Федерации.

Диссертация выполнена на кафедре информационно-измерительных систем и физической электроники федерального государственного бюджетного

образовательного учреждения высшего образования «Петрозаводский государственный университет» Министерства образования и науки Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, профессор Яковлева Наталья Михайловна, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Петрозаводский государственный университет», профессор кафедры информационно-измерительных систем и физической электроники.

Официальные оппоненты:

Юраков Юрий Алексеевич – доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет», профессор кафедры физики твердого тела и наноструктур;

Малышев Владимир Николаевич – доктор технических наук, доцент, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина», профессор кафедры трибологии и технологий ремонта нефтегазового оборудования дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Дальневосточный федеральный университет», г. Владивосток, в своем положительном заключении, подписанном Кондриковым Николаем Борисовичем, доктором химических наук, профессором, заведующим кафедрой физической и аналитической химии Школы естественных наук и утвержденном Фаткулиным Анвиром Амруловичем, доктором технических наук, профессором, исполняющим обязанности проректора по науке и инновациям, указала, что диссертация Степановой К.В. представляет собой законченную научно-исследовательскую работу на актуальную тему, в которой решена задача получения нанопористой оксидной пленки на порошковым сплаве Ti-40вес.%Al и исследования ее структуры и свойств, имеющая существенное значение как для физики оксидных пленок в целом, так и для создания новых наноматериалов различной функциональности. Ведущая организация рекомендует использовать результаты работы при дальнейших фундаментальных и прикладных исследованиях самоорганизованных нанопористых и нанотрубчатых анодных оксидов на металлах и сплавах, проводимых учеными в России и за рубежом, а также на предприятиях, производящих различные виды нанотехнологической продукции, в том числе каталитически и фотокаталитически активные наноматериалы, например, на предприятиях, выпускающих краски и лаки с фотокаталитическим действием (ООО «Натурамарин», г. Москва); на предприятиях, специализирующихся на очистке воздуха и воды («Аэро-

лайф», г. Москва), и на заводах по производству катализаторов: АО «СКТБ «Катализатор» (г. Новосибирск), АО «Ангарский завод катализаторов и органического синтеза» (Иркутская область, г. Ангарск). Материалы диссертации рекомендуются для использования и в образовательном процессе при подготовке студентов высших учебных заведений.

Соискатель имеет 50 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 50 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 5, получено 2 патента Российской Федерации. Общий объем опубликованных работ 11,93 п.л., из которых 4,33 п.л. принадлежат лично соискателю. Требования п.п. 11 и 13 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемые к публикации основных научных результатов диссертации, выполняются. Требования, установленные п. 14 действующего Положения о присуждении ученых степеней, соблюдаются. Сведения об опубликованных работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Нанопористые анодно-оксидные пленки на порошковом сплаве Ti-Al / К.В. Степанова, Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, Х. Петтерссон // Ученые записки Петрозаводского государственного университета. Серия Естественные и технические науки. 2015. Т. 147, № 2. С. 81-86 (0.38 п.л. / 0.15 п.л.).
2. Наноструктурирование поверхности металлов и сплавов. Часть 2. Наноструктурированные анодно-оксидные пленки на Ti и его сплавах / Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, Е.А. Чупахина, К.В. Степанова, А.Н. Яковлев, С.Г. Васильев, А.М. Шульга // Конденсированные среды и межфазные границы. 2016. Т. 18, № 1. С. 6-27 (1.38 п.л./0.4 п.л.).
3. Влияние отжига на структуру нанопористых оксидных пленок на поверхности порошкового сплава титан-алюминий / К.В. Степанова, Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, Х. Петтерссон // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016. № 9. С. 54-62 (0.56 п.л./0.3 п.л.). Переводная версия. Stepanova K. V., Yakovleva N. M., Kokatev A. N., Pettersson H. Influence of Annealing on the Structure of Nanoporous Oxide Films on the Surface of Titanium–Aluminum Powder Alloy // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2016. V. 10, № 5. P. 933-941.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы от: **Мухурова Н.И.**, доктора технических наук, профессора, заведующего лабораторией микроэлектроники, механики и сенсорики ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника» НАН Беларуси; **Савича В.В.**, кандидата технических наук, доцента, первого заместителя директора – заместителя директора по науке ГНУ «Институт порошковой металлургии»; **Орлова В.М.**, доктора технических наук, заве-

дующего лабораторией металлургии редких элементов ФГБУН «Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева» Кольского научного центра РАН; **Васильевой М.С.**, доктора химических наук, доцента, профессора кафедры физической и аналитической химии Школы естественных наук ФГАОУ ВО «Дальневосточный федеральный университет»; **Парфенова Е.В.**, доктора технических наук, доцента, профессора кафедры теоретических основ электроники ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет».

Все отзывы положительные. В качестве замечаний отмечено, что в автореферате недостаточно освещены условия и результаты исследования фотокаталитической активности анодированного порошкового сплава Ti-40вес.%Al (Васильева М.С.); согласно перечню использованных автором методов исследования (стр.6 диссертации), структура разрабатываемых пленок изучалась также методом атомно-силовой микроскопии. Однако в тексте автореферата не приводится информация, полученная этим методом. Насколько эффективным оказалось применение данного метода к анализу порошковых материалов с нанопористыми покрытиями? (Парфенов Е.В.); из содержания автореферата не ясно, чем определяется выбор в качестве объекта исследований порошкового сплава состава Ti-40вес.%Al, чем отличаются влияния отжига при $T=1093\text{K}$ на воздухе и в вакууме на состав многофазной поликристаллической мезоструктуры, чем обусловлен выбор составов электролитов при анодировании (Мухуров Н.И.); из текста реферата не понятно, проводилось ли формирование оксидных пленок непосредственно на порошке или на компактированном порошке сплава? Если на последнем, то в каких условиях получали компактные заготовки? Нет объяснения площадке кривой 3 рис. 2. На стр.8-9 говорится о напористом рельефе оксида со ссылкой на рис. 4(б, в, г), но такой рельеф наблюдается только на рис. 4в. Там же отмечено, что в результате анодирования площадь поверхности порошкового сплава увеличивается в 20 раз. На основании каких расчетов автор делает такой вывод? В таблице 1 приведены данные по фазовому составу образцов после термообработки. Почему отсутствует фаза металлического титана после термообработки в вакууме? Автор везде оперирует вес.%, правильно мас.% (Орлов В.М.); использованный в названии работы и в самой работе термин «анодно-оксидные пленки» (АОП) является неудачным, отсылает к уже недействующему стандарту ГОСТ 9.031-74. Покрытия анодно-окисные. Следовало бы применить, например, термин «анодное оксидное покрытие». Режимы термообработки оксидированных образцов на воздухе и в вакууме в работе одинаковы (температура и время) и не аргументированы. Следовало бы провести термообработку еще хотя бы при одном меньшем и одном большем значении температуры и еще одной продолжительности времени – 60 минут (Савич В.В.).

В отзывах сделан вывод о том, что диссертация Степановой Кристины Вячеславовны отвечает требованиям, предъявляемым ВАК Минобрнауки РФ к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Выбор официальных оппонентов обоснован тем, что официальные оппоненты являются компетентными учеными в области физики конденсированного состояния (образование и электронная структура тонкопленочных полупроводниковых оксидов – Юраков Ю.А.; материаловедение защитных керамических покрытий на металлах – Малышев В.Н.). Выбор ведущей организации обусловлен тем, что ФГАОУ ВО «Дальневосточный федеральный университет» известен исследованиями в области получения оксидных покрытий на металлах, в том числе фотокаталитически активных покрытий на титане.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны и получены самоорганизованные нанопористые анодно-оксидные пленки гетерогенного состава ($\text{TiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 \cong 1 : 1$) с размерами пор от 40 до 80 нм и толщиной $\delta \cong 0.3-1$ мкм на порошковом сплаве Ti-40вес.%Al;

предложен способ формирования кристаллического нанопористого оксида на сплаве титан-алюминий;

доказана перспективность применения анодного наноструктурирования для получения фотокаталитически активных порошковых материалов с расширенным до видимого спектральным диапазоном поглощения;

введены представления о строении самоорганизованного нанопористого оксида гетерогенного состава.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана возможность создания электрохимическим анодированием на поверхности микрочастиц спеченного порошка самоорганизованной нанопористой оксидной пленки;

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован комплекс современных экспериментальных методов исследования атомной и мезоскопической структуры, методик электрохимического анодирования и испытания физических свойств оксидных пленок;

изложены физико-химические закономерности роста и структурообразования нанопористых оксидных пленок, имеющие существенное значение для развития теоретических представлений о самоорганизации при анодировании порошковых материалов;

обнаружено влияние гетерогенного состава на оптическую ширину запрещенной зоны титаноксидной компоненты в нанопористых оксидных пленках на порошковом сплаве Ti-40вес.%Al;

изучены особенности кристаллизации анодных оксидных пленок гетерогенного состава на порошковом сплаве Ti-40вес.%Al. Показано, что в результате отжига при $T=1093\text{K}$ на воздухе и в вакууме происходит преобразование аморфной нанопористой оксидной пленки в многофазную поликристаллическую при сохранении регулярно-пористой мезоструктуры;

проведено уточнение представлений о строении термической оксидной пленки на поверхности алюминидов титана применительно к анодным оксидным пленкам.

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

разработана и внедрена на предприятии ООО «Нелан-оксид плюс» (г. Петрозаводск) технология формирования и модификации нанопористой оксидной пленки на микрочастицах спеченного порошка сплава Ti-40вес.%Al, обеспечивающая получение фотокаталитически активных порошковых материалов с расширенным до видимого спектральным диапазоном поглощения. Технология является более экономичной и экологически безопасной по сравнению с технологиями производства фотокатализаторов из нанокристаллического TiO_2 ;

определены перспективы применения разработанной технологии анодного наноструктурирования, как для создания фотокаталитически активных порошковых материалов с характеристиками, превосходящими существующие аналоги, так и для увеличения температурного интервала эксплуатации изделий из $\gamma\text{-TiAl}$;

даны практические рекомендации по использованию модифицированного порошка в качестве фотокаталитически активного компонента лаков и красок;

представлены рекомендации по совершенствованию мелкосерийного производства фотокаталитически активного порошка в ООО «Нелан-оксид плюс».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ: изучение физических свойств объектов исследования проводилось на сертифицированном оборудовании, продемонстрирована воспроизводимость результатов в различных условиях на достаточно представительном количестве образцов;

теория построена на известных теоретических представлениях о термическом окислении алюминидов титана (Lee W., Park S.-J., Tsuchiya H., Berger S., Schmuki P. и др.) и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации;

идея базируется на анализе результатов предшествующих теоретических и экспериментальных исследований структуры и свойств оксидов титана и алюминия, полученных различными методами;

использовано сравнение авторских данных и данных, полученных ранее, об особенностях роста, атомно-молекулярной и мезоскопической структуре самоорганизованных нанопористых и нанотрубчатых анодно-оксидных пленок;

установлено качественное соответствие хода кинетических зависимостей для нанопористых анодных оксидных пленок на порошковом сплаве Ti-40вес.%Al, приводимым в литературе для анодирования алюминидов титана;

использованы современные методы и методики измерения и обработки данных, соответствующие целям и задачам исследования, в частности, электронная и атомно-силовая микроскопия, рентгеноструктурный анализ, инфракрасная Фурье-спектроскопия, оптическая спектрофотометрия.

Личный вклад соискателя состоит в активном участии в исследовании на всех этапах процесса: подготовке, планировании и проведении экспериментов; в обработке и интерпретации результатов, полученных различными методами; в разработке модели гетерогенного строения нанопористых оксидных пленок, методик изучения физико-химических свойств порошковых материалов, формулировке выводов и в подготовке публикаций и заявок на патенты по теме выполненной работы.

Диссертационная работа соответствует пунктам 1, 7 паспорта научной специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Диссертационным советом сделан вывод о том, что диссертация Степановой Кристины Вячеславовны «Нанопористые анодно-оксидные пленки на порошковом сплаве титан-алюминий» соответствует критериям, установленным п.п. 9 и 10 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г. Она является самостоятельной, завершенной научно-квалификационной работой, в которой решена научная задача исследования закономерностей получения, структуры и свойств самоорганизованных нанопористых анодных оксидных пленок на порошковом сплаве Ti-40вес.%Al, которая имеет существенное значение для физики конденсированного состояния, в частности, для физики оксидных пленок, а также для создания новых наноматериалов различной функциональности. Диссертация Степановой К.В. обладает внутренним единством, содержит новые научные результаты и положения и свидетельствует о личном вкладе автора в науку.

На заседании 25 января 2017 года диссертационный совет принял решение присудить Степановой К.В. ученую степень кандидата технических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 14 докторов наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния, участвовавших в заседании, из 21 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 15, против 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель

диссертационного совета



Коржавый Алексей Пантелеевич

Ученый секретарь

диссертационного совета



Лоскутов Сергей Александрович

Дата оформления заключения

25 января 2017 года