

«УТВЕРЖДАЮ»
Ректор федерального
государственного бюджетного
образовательного учреждения
высшего образования «Санкт-
Петербургский государственный
технологический институт
(технический университет)»

Профессор, д.т.н. Шевчик А.П.

«10» марта 2017 года



ВЫПИСКА

из протокола № 2 заседания кафедры общей физики федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»

от «27» сентября 2016 г.

Председатель: д.х.н., заведующий кафедрой проф. Беляков А.В.

Секретарь: к.х.н., доцент Шустрова О.П.

Присутствовали: сотрудники и преподаватели кафедры общей физики СПбГТИ(ТУ): д.х.н., зав.кафедрой проф. Беляков А.В., д.т.н. проф. Жерновой А.И., к.х.н., доцент Шустрова О.П., к.ф.-м.н., зав.лаб. Данильченко В.Г., к.т.н., доцент Хотунцова С.В., к.т.н., доцент Скобелев В.Н., к.ф.-м.н., доцент Благовещенский В.В., к.ф.-м.н., доцент Болотов Б.Б., к.т.н., доцент Иванов А.Д., к.т.н., доцент Чибисов А.Г., ст.преп. Каурова Л.Н.

Повестка дня:

Предварительная экспертиза диссертационной работы, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, аспиранта кафедры общей физики очной формы обучения Дьяченко Семена Владимировича на тему: «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР».

Тема диссертации «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР», научный руководитель доктор технических наук, профессор Жерновой Александр

Иванович, утверждены на заседании ученого совета инженерно-технологического факультета «14» ноября 2012 года, №11.

СЛУШАЛИ:

Доклад Дьяченко С.В. о результатах работы, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР» по специальности 05.11.13. – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

После доклада Дьяченко С.В. были заданы следующие вопросы:

к.х.н., доцент Шустрова О.П.

Вопрос: Метод ЯМР ранее применялся для измерения намагниченности веществ?

Ответ: Ранее метод ЯМР применялся только для измерения индукции магнитного поля, но не для измерения намагниченности.

д.х.н., зав.кафедрой проф. Беляков А.В.

Вопрос: Какова точность измерения температуры вашими методами?

Ответ: Предложенные методы измерения температуры не проходили метрологических испытаний. Определение точности измерения термодинамической температуры предложенными методами планируется в дальнейших исследованиях.

зав.лаб., к.ф.-м.н. Данильченко В.Г.

Вопрос: На каких частотах должно проводиться измерения температуры?

Ответ: намагниченность и индукция магнитного поля измеряются в диапазоне 10^5 - 10^6 Гц, резонансная частота излучателя при измерении магнитного момента 10^{13} - 10^{14} Гц.

к.ф.-м.н., доцент Болотов Б.Б.

Вопрос: В чем основное преимущество вашего метода измерения намагниченности по сравнению с другими методами?

Ответ: Основным преимуществом разработанного метода является проведение измерения в стационарных условиях – в однородном и постоянном магнитном поле, в других методах измерения проводятся в переменных или неоднородных магнитных полях.

Выступления:

к.т.н., доцент Скобелев В.Н.

Проделана большая научно-исследовательская работа, имеющая широкое прикладное значение. Результаты диссертации актуальны, дальнейшая работа в этой области является перспективной. Диссертация Дьяченко С.В. может быть рекомендована к защите.

д.х.н., зав.кафедрой проф. Беляков А.В.

Диссертация Дьяченко С.В. отвечает требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, и может быть рекомендована к защите.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»

Диссертация «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР» выполнена на кафедре общей физики федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Минобрнауки России.

В период подготовки диссертации Дьяченко С.В. обучался в аспирантуре на кафедре общей физики федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Минобрнауки России.

В 2012 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» по специальности «технология электрохимических производств».

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Жерновой Александр Иванович является профессором кафедры общей физики федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Минобрнауки России, членом метрологической академии, носит почетное звание «Почётный работник высшего профессионального образования Российской Федерации».

По результатам рассмотрения диссертации «Разработка метода измерения намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях» принято следующее заключение:

Актуальность научной работы:

В настоящее время для измерения намагниченности веществ используются электромагнитные и силовые методы. Электромагнитные методы основаны на измерении ЭДС электромагнитной индукции в переменном поле, а силовые на измерении силы, действующей на образец в неоднородном поле. Этими методами измерения намагниченности производятся в нестационарных условиях – в переменных и в неоднородных магнитных полях. Намагниченность веществ зависит от индукции приложенного магнитного поля, поэтому измерение намагниченности образца в неоднородном или переменном поле делает результат измерений недостоверным. Кроме того, не существует метода, позволяющего изучать жидкости и твердые вещества на одном и том же приборе.

В представленной работе разработан метод и создана установка для измерения намагниченности веществ в стационарных условиях. В этом способе впервые производится измерение намагниченности в постоянном и однородном магнитном поле, что исключает нестационарный режим. Для этого применен метод нутации (разновидность метода ЯМР). Суть метода заключается в измерении индукции (B) и напряженности (H) магнитного поля внутри вещества и определении намагниченности (M) в соответствии с классическим уравнением: $M = (B/\mu_0) - H$, чего ранее не осуществлялось. Метод может применяться как для твердых компактных материалов, так и для жидких и сыпучих веществ, что указывает на его универсальность. В представленной работе метод применялся к таким перспективным и актуальным объектам исследования как коллоидные растворы (магнитные жидкости и суспензии) и порошки ферромагнитных наночастиц

Научная новизна и практическая значимость результатов, полученных автором

Научная новизна

Впервые разработан метод определения намагниченности образцов коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц путем измерения индукции B и напряженности H магнитного поля внутри образца. Для измерения индукции и напряженности магнитного поля внутри вещества в стационарных условиях был применен метод нутации (разновидность метода ЯМР), при использовании которого отсутствует

необходимость в градуировке. Этот метод ранее не применялся для определения намагниченности.

Показано, что кривая намагничивания магнитной жидкости, снятая предложенным методом, адекватна теории Ланжевена, что подтверждает соответствие экспериментальных результатов с теоретическими расчетами. Разработаны методы определения магнитных моментов ферромагнитных наночастиц в магнитной жидкости, которые позволяют сократить число экспериментальных точек кривой намагничивания и определить дисперсию магнитных моментов. Предложен метод контроля наличия конгломератов наночастиц в магнитной жидкости. Разработан новый метод определения скорости седиментации в растворах ферромагнитных наночастиц. Определены условия выполнения закона Кюри и закона Кюри-Вейсса в магнитных жидкостях. Предложены методы измерения термодинамической температуры, где в отличие от традиционных парамагнетиков в качестве термометрического вещества используется магнитная жидкость.

Практическая значимость

Для реализации метода измерения намагниченности была разработана установка, которая позволила по-новому проводить исследование процессов намагничивания магнитных жидкостей, суспензий и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях, и получить экспериментальные результаты отличные от полученных традиционно применяемыми методами.

На основании выполнения закона Кюри разработаны два метода измерения термодинамической температуры магнитной жидкости, которые могут быть использованы в метрологии. Разработан метод оценки скорости седиментации ферромагнитных наночастиц в суспензиях и магнитных жидкостях, который может применяться для анализа их устойчивости при дальнейшем использовании в медицине. Предложен метод оценки магнитного момента ферромагнитных наночастиц без снятия кривой намагничивания магнитной жидкости, который может использоваться в экспресс-анализе свойств на производстве магнитных жидкостей. Предложен метод оценки дисперсии распределения магнитных моментов наночастиц в магнитной жидкости, который может использоваться для селективного отбора монодисперсных магнитных жидкостей при их производстве.

Степень достоверности результатов и проведенных исследований

Достоверность экспериментальных результатов обеспечивается большим количеством повторно проводимых экспериментов с высокой степенью сходимости и воспроизводимости, определением величины погрешности. Точность измеряемых величин гарантируется применением метода нутации и классом точности серийных приборов, из которых собрана

установка. Экспериментальные кривые намагничивания совпадают с теорией Ланжевена в пределах допустимой погрешности. Полученные результаты работы не противоречат общепризнанным представлениям и результатам, полученным в других исследованиях. Используемая автором при обсуждении результатов и написании диссертации терминология соответствует классическим представлениям физики и химии.

Личное участие Дьяченко С.В. явилось определяющим при разработке новых методов измерения намагниченности, получении теоретических и экспериментальных результатов, изложенных в диссертации. В ней обобщены результаты исследований и разработок, проводимых автором с 2012 года. Личный вклад автора состоит в создании метода измерения намагниченности, сборке и запуске установки для измерения намагниченности веществ; отработке методики измерения намагниченности магнитных жидкостей, суспензий и порошков ферромагнитных наночастиц с использованием метода ЯМР; выполнении всех экспериментальных работ на установке; анализе и обработке массива экспериментальных данных; анализе литературных источников по теме диссертации; в экспериментальном исследовании условий выполнения законов Ланжевена и Кюри в магнитных жидкостях; разработке методов определения магнитных моментов наночастиц в магнитных жидкостях и порошках наночастиц; разработке контроля агрегативной и седиментационной устойчивости суспензий и магнитных жидкостей; а также синтезе магнитных жидкостей и последующем приготовлении проб для проведения экспериментов.

Апробация научных результатов, изложенных в диссертации

Основные положения и результаты работы докладывались и обсуждались на 9th and 10th meeting International Symposium and Summer School: Nuclear Magnetic Resonance in Condensed Matter (Saint-Petersburg, 2012/2013); III Международной конференции по химии и химической технологии (Ереван, 2013); Научной конференции, посвященной 185-й годовщине образования СПбГТИ(ТУ) (Санкт-Петербург, 2013); XIX Украинской конференции с международным участием по неорганической химии (Одесса, 2014); Девятой Международной теплофизической школе (Душанбе, 2014); Пятой Всероссийской и стран КОOMET конференции по проблемам термометрии «Температура-2015» (Санкт-Петербург, 2015); Международном симпозиуме «химия для биологии, медицины, экологии и сельского хозяйства» ISCHEM 2015 (Санкт-Петербург, 2015); 12-й Зимней молодежной школе-конференции «Магнитный резонанс и его приложения» (Санкт-Петербург, 2015); Научно-технической конференции молодых ученых «Неделя науки - 2016» (Санкт-Петербург, 2016).

Полнота изложения материалов диссертации в работах опубликованных автором

Автором опубликованы 10 работ все в изданиях, рекомендуемых ВАК Министерства образования и науки РФ, в том числе 5 в изданиях, входящих в Международные базы цитирования WebofScience и Scopus, а также тезисы докладов различного уровня.

1. Жерновой, А.И. Исследование методом ЯМР выполнения закона Кюри в золях парамагнитных наночастиц / А.И. Жерновой, Ю.Р. Рудаков, С.В. Дьяченко // Научное приборостроение. – 2012. – том 22, №1 с. 52-54.
2. Жерновой, А.И. Исследование зависимости константы Кюри суспензии суперпарамагнитных наночастиц от индукции магнитного поля / А.И. Жерновой, В.Н. Наумов, С.В. Дьяченко // Научное приборостроение. – 2012. – том 22, №3 с. 58-60.
3. Жерновой, А.И. Влияние структурообразования в растворе ферромагнитных наночастиц на коэффициент размагничивания образца / А.И. Жерновой, С.В. Дьяченко // Научное приборостроение. - 2013 - том 23, № 3, с. 98–100.
4. Жерновой, А.И. Экспрессный метод измерения намагниченности насыщения и магнитного момента наночастиц в магнитной жидкости с помощью ядерного магнитного резонанса/ А.И. Жерновой, С.В.Дьяченко// Известия СПбГТИ(ТУ) – 2013. – № 20(46), с. 12–13.
5. Жерновой, А.И. Об измерении термодинамической температуры с использованием парамагнитного термометрического вещества / А.И. Жерновой, С.В.Дьяченко // ЖТФ – 2015. – Том 85, вып.4, с.118-122.
6. Жерновой, А.И. Определение дисперсии магнитного момента наночастиц в магнитной жидкости / А.И. Жерновой, С.В.Дьяченко // Научное приборостроение – 2015. – Том 25, № 1, с. 42–47.
7. Жерновой, А.И. О выполнении закона Кюри в магнитных жидкостях / А.И. Жерновой, С.В.Дьяченко // Известия ВУЗов. Физика. – 2015. – Том 58, № 1, с. 119–122.
8. Жерновой, А.И. Определение магнитных характеристик наночастиц $MgFe_2O_4$, полученных глицин-нитратным синтезом / А.И. Жерновой, А.А. Комлев, С.В.Дьяченко // ЖТФ – 2016. – Том 86, вып.2, с.146-148.
9. Sychov, M.M. Ferroelectric core/magnetic shell approach to control electric properties of composites / M.M. Sychov, O.A. Shilova, P.V. Matveichikova, T.V. Khamova, E.S. Vasina, S.V. Diachenko, A.I. Zhemovoy, G.P. Kopitsa // JJAP (2016) 011101.
10. Дьяченко, С.В. Размер, морфология и свойства частиц феррошпинелей переходных металлов типа MFe_2O_4 ($M = Co, Ni, Zn$), полученных в условиях глицин-нитратного горения / С.В. Дьяченко, К.Д. Мартинсон, И.А. Черепкова, А.И. Жерновой // ЖПХ – 2016. – Т.89. Вып.4., с. 417-421.

Специальность, которой соответствует диссертация

Диссертация аспиранта Дьяченко С.В. посвящена разработке нового способа измерения намагниченности веществ с использованием неразрушающего метода ЯМР и созданию на его основе экспериментальной установки, поэтому соответствует формуле специальности: Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий – области науки и техники, занимающейся созданием научных основ методов аналитического и неразрушающего контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, разработкой и внедрением приборов, средств и систем экологического, аналитического и неразрушающего контроля указанных объектов с улучшенными характеристиками.

Представленная диссертация соответствует паспорту специальности 05.11.13 по следующим пунктам:

1. Научное обоснование новых и усовершенствование существующих методов аналитического и неразрушающего контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.
3. Разработка, внедрение и испытания приборов, средств и систем контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, имеющих лучшие характеристики по сравнению с прототипами.
5. Разработка метрологического обеспечения приборов и средств контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, оптимизация метрологических характеристик приборов.

На основании этого можно заключить, что диссертационная работа соответствует выбранной специальности 05.11.13. – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

Также представленная диссертация соответствует специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики, т.к. соответствует формуле этой специальности: область науки и техники, включающая экспериментальные и теоретические исследования, направленные на разработку новых принципов и методов физических измерений, а также на создание новых приборов и устройств для изучения физических явлений и процессов.

Представленная диссертация соответствует паспорту специальности 01.04.01 по следующим пунктам:

1. Изучение физических явлений и процессов, которые могут быть использованы для создания принципиально новых приборов и методов экспериментальной физики.
2. Разработка новых принципов и методов измерений физических величин, основанных на современных достижениях в различных областях физики и позволяющих существенно увеличить точность, чувствительность и быстродействие измерений.

3. Разработка и создание научной аппаратуры и приборов для экспериментальных исследований в различных областях физики.

На основании этого можно заключить, что диссертационная работа соответствует выбранной специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики.

Диссертация «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР» Дьяченко С.В. рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13. – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий и по специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики, с предварительной сдачей кандидатского экзамена по данной специальности.

ПОСТАНОВИЛИ:

1. Принять заключение кафедры по диссертационной работе Дьяченко С.В. на тему «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР».

2. Рекомендовать диссертацию Дьяченко С.В. на тему «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР» к защите по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

3. Рекомендовать диссертацию Дьяченко С.В. на тему «Измерение намагниченности коллоидных растворов и порошков ферромагнитных наночастиц в стационарных условиях методом ЯМР» к защите по специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики, с предварительной сдачей кандидатского экзамена по данной специальности.

Результаты голосования:

«За» - 11

«Против» - нет

«Воздержались» - нет

Председатель,
заведующий кафедрой
д.х.н., проф. Беляков А.В.



Секретарь:
к.х.н., доцент Шустрова О.П.

