

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.133.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТА ФИЗИКИ
МЕТАЛЛОВ ИМЕНИ М.Н. МИХЕЕВА УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК (ИФМ УрО РАН)
МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИХ
НАУК**

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 18.10.2024, № 10

О присуждении Прокопьеву Дмитрию Андреевичу, гражданину России, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Магнитное состояние и структура наночастиц на основе 3d – металлов (Fe, Ni, Co) по данным ЯМР и ЯГР» по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений принята к защите 08.07.2024, протокол № 7, диссертационным советом 24.1.133.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН), Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 620108, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, приказы Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 и № 188/нк от 26.02.2015.

Соискатель Прокопьев Дмитрий Андреевич, 1995 года рождения, в 2020 году окончил с отличием Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования (ФГАОУ ВО) «Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина» по направлению подготовки 09.04.02 Информационные системы и технологии. Решением Государственной аттестационной комиссии присвоена квалификация «Магистр». Прокопьев Д.А. освоил программу подготовки

научно-педагогических кадров в очной аспирантуре при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург, год окончания аспирантуры 2024, работает в должности научного сотрудника лаборатории кинетических явлений Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург.

Диссертация выполнена в лаборатории кинетических явлений Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, г. Екатеринбург.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, Михалёв Константин Николаевич, заведующий лабораторией кинетических явлений Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург.

Официальные оппоненты:

1. Денисова Татьяна Александровна, доктор химических наук, главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург;

2 Гервиц Наталья Евгеньевна, кандидат физико-математических наук, высококвалифицированный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физического института имени П. Н. Лебедева Российской академии наук, г. Москва;

– дали положительные отзывы на диссертацию Д.А. Прокопьева.

Ведущая организация Казанский физико-технический институт им. Е. К. Завойского – обособленное структурное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр Российской академии наук», г. Казань в своем положительном заключении, подписанном

Вавиловой Евгенией Леонидовной, доктором физико-математических наук, старшим научным сотрудником лаборатория физики ферроиков и функциональных материалов, указала, что «диссертация Прокопьева Д.А. «Магнитное состояние и структура наночастиц на основе 3d – металлов (Fe, Ni, Co) по данным ЯМР и ЯГР» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, удовлетворяющую всем требованиям к кандидатским диссертациям, в частности, требованиям пункта 9 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 года, и «Изменений, которые вносятся в Положение о присуждении учёных степеней», утверждённых постановлением Правительства Российской Федерации №355 от 21 апреля 2016 года. Её автор, Прокопьев Дмитрий Андреевич, заслуживает присуждения учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Соискатель имеет 23 (8.43 п.л.) опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликовано 22 работы, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 7 статей, тезисов докладов в материалах российских и международных конференций - 15.

В результате проведенных исследований, автором предложен метод определения фазового состава ферромагнитных наночастиц 3d металлов на основе детального анализа спектров ЯМР и обнаружен наноразмерный эффект, заключающийся в сдвиге резонансной частоты ядер-зондов в область больших частот, в случае, когда размер наночастиц становится меньше критического размера однодоменности ферромагнитного материала.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. NMR study of magnetic nanoparticles Ni@C / K. N. Mikhalev, A.Yu. Germov, D.A. Prokopyev, M.A. Uimin, A.Ye. Yermakov, A.S. Konev, V.S. Gaviko, S.I. Novikov. – Текст: непосредственный // Journal of Physics: Conference Series. — 2019. — V. 1389. — P. 12137—12142.

2. NMR Study of Phase Composition of Carbon Encapsulated Ni@C Nanoparticles / D.A. Prokopyev, A.Yu. Germov, K.N. Mikhalev, M.A. Uimin, A.E. Yermakov, A.S. Konev. – Текст: непосредственный // AIP Conference Proceedings. — 2019. — V. 2174. — P. 20155—20158.

3. NMR study of phase composition of carbon encapsulated Fe@C nanoparticles / D.A. Prokopyev, A.Yu. Germov, K.N. Mikhalev, B.Yu. Goloborodskii, M.A. Uimin, A.E. Yermakov, A.S. Konev, S.I. Novikov. – Текст: непосредственный // AIP Conference Proceedings. — 2020. — V. 2313. — P. 60023—60027.

4. Quantitative phase analysis of magnetic Fe@C nanoparticles / A.Yu. Germov, D.A. Prokopyev, K.N. Mikhalev, B.Yu. Goloborodskiy, M.A. Uimin, A.E. Yermakov, A.S. Konev, A.S. Minin, S.I. Novikov, V.S. Gaviko, A.M. Murzakaev. – Текст: непосредственный // Materials Today Communications. — 2021. — V. 27. — P. 102382—102390.

5. Investigation of magnetic nanoparticles FeCo by resonance spectroscopy / D.A. Prokopyev, A.Yu. Germov, K.N. Mikhalev, B.Yu. Goloborodskii, M.A. Uimin, A.E. Yermakov, A.S. Konev, S.I. Novikov. – Текст: непосредственный // AIP Conference Proceedings. — 2022. — V. 2466. — P. 60043—60048.

6. ^{61}Ni NMR study of nickel nanoparticles: Nanoscale effect and magnetic state / K.Mikhalev, A.Germov, D.Prokopyev, M.Uimin, A.Yermakov, S.Novikov, A.Konev, V.Gaviko, A.Minin. – Текст: непосредственный // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. — 2022. — V. 563. — P. 169837—169841.

7. NMR and Mossbauer studies of core-shell FeCo@C ferromagnetic nanoparticles near the superparamagnetic transition / A.Yu. Germov, D.A. Prokopyev, A.S. Konev, M.A. Uimin, A.S. Minin, A.E. Yermakov, B.Yu. Goloborodsky, I.A. Kurmachev, Ye.V. Suvorkova. – Текст: непосредственный // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. — 2023. — V. 588. — P. 171391—171401.

На диссертацию и автореферат поступило 3 отзыва:

1. От кандидата физ.-мат. наук, доцента кафедры «Естественные дисциплины» ФГБОУ ВО «Уральский государственный университет путей сообщения», Гончарь Людмилы Эдуардовны.

Замечание: «В качестве замечания хочу отметить, что на рисунке 9 приведены распределения для наночастиц, но подпись к рисунку не вполне корректна: я вижу на

рисунке распределения объёмной доли наночастиц (а) и наночастиц (б) по диаметру. Похожая проблема есть и в подписи к рисунку 15. При этом описание рисунка 9 в тексте приведено корректно.»

Вопрос: «На рисунке 9, б также изображены два теоретических распределения, как и отсутствуют модельные параметры этих распределений, хотя они явно различны. Насколько необходимо в данных результатах моделировать распределение частиц по размеру?»

2. От доктора физ.-мат. наук, ведущего научного сотрудника Института физических проблем им. П.Л. Капицы РАН, Свистова Леонида Евгеньевича.

Замечание: «Основной результат диссертации под номером 1), на мой взгляд, недостаточно подкреплён рисунками в Автореферате. А именно, не приведены спектры ЯМР на Рис.4, 5б, измеренные на наночастицах б`ольшего радиуса, разбитых на магнитные домены ($R > R_c$).»

3. От кандидата физ.-мат. наук, доцента кафедры физики конденсированного состояния и наноразмерных систем ИЕНиМ, старшего научного сотрудника Учебно-научной лаборатории рентгеновской аттестации веществ и материалов ИЕНиМ ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Шерокаловой Елизаветы Маратовны.

Замечание: «На странице 7 (второй абзац) автор описывает результаты измерения электронной микроскопии, представленные на рисунке 1б, при этом не понятно о каких дифракционных пиках идет речь.»

Вопрос: «В таблице 3 на странице 15 значения намагниченности насыщения наночастиц $Fe@C$, приведённые из литературы, полученные экспериментально и рассчитанные на основании анализа спектров ЯМР и ЯГР существенно отличаются. Если указать приведенные величины с учетом погрешности (\pm) соответствующих методик (каковы они?), сохранится ли отличие?»

Выбор официальных оппонентов доктора химических наук Т.А. Денисовой и кандидата физико-математических наук Н.Е. Гервиц, а также ведущей организации Казанского физико-технического института им. Е. К. Завойского – обособленное структурное подразделение Федерального

государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр Российской академии наук», г. Казань, обосновывается публикациями оппонентов, тематикой структурного подразделения ведущей организации, относящимися к сфере исследований, которым посвящена диссертация.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований получены следующие новые научные результаты:

1. Выявлено увеличение резонансной частоты ядер-зондов на спектрах ядерного магнитного резонанса в случае, когда размер наночастиц становится меньше критического размера однодоменности ферромагнитного материала.

2. С использованием метода ЯМР установлено, что наблюдаемый размерный эффект в наночастицах на основе Fe и Ni не связан с типом оболочки или влиянием поверхности, а зависит от размера и формы частиц ферромагнитного материала.

3. Показано, что ядра наночастиц Fe@C и Ni@C являются гетерофазными и содержат примеси металл-углеродных фракций. Высокотемпературный отжиг (при $t = 1000 - 1073$ °C) приводит к гомогенизации ядра и сопровождается выходом атомов углерода на поверхность.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что полученные в настоящей работе результаты дополняют и развивают современные представления об особенностях формирования и строения нанообъектов на основе 3d металлов, а также расширяют представление о магнитном состоянии наночастиц.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что продемонстрирована эффективность использования метода ЯМР в локальном поле для изучения нанообъектов на

основе 3d металлов, который позволяет обнаружить фазы, не выявляемые другими методами.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что экспериментальные исследования, представленные в диссертационной работе, проведены с помощью метрологически обеспеченного оборудования и апробированных методик. Выводы, приведенные в работе, не противоречат литературным данным, опубликованным в открытой печати.

Личный вклад соискателя состоит в том, что постановка цели и задач исследования проведена диссертантом Прокопьевым Д.А. совместно с научным руководителем и коллегами из лаборатории кинетических явлений. Автор лично проводил регистрацию спектров ЯМР на ядрах ^{57}Fe , ^{59}Co , ^{61}Ni и ^{13}C для наночастиц на основе Fe или Ni и $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}@C$, занимался обработкой и моделированием спектров ЯМР. Автор принимал непосредственное участие в обсуждении результатов совместно с научным руководителем доктором физико-математических наук Михалёвым К.Н., а также кандидатом физико-математических наук Гермовым А.Ю., кандидатом физико-математических наук Уйминым М.А., доктором физико-математических наук Ермаковым А.Е. и сотрудниками лабораторий кинетических явлений и прикладного магнетизма Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук. Материалы диссертации неоднократно были представлены автором лично на международных и российских конференциях.

Синтез, а также измерения удельной площади поверхности наночастиц и намагниченности наночастиц $\text{Me}@C$ ($\text{Me} = \text{Fe}, \text{Ni}$ и Fe-Co) и Fe_3C были проведены в лаборатории прикладного магнетизма (М.А. Уймин, А.Е. Ермаков, А.С. Минин, А.С. Конев, И.А. Курмачёв, С.И. Новиков) Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук.

Рентгеноструктурные исследования были проведены в Центре коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов (руководитель отдела рентгеноструктурного анализа к.ф.-м.н. В.С. Гавико).

Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой определена структура и магнитное состояние наночастиц на основе 3d металлов: Ni, Fe, Co и их сплавов методами ядерного магнитного резонанса и ядерного гамма резонанса (ЯГР ^{57}Fe). В целом диссертация соответствует всем критериям «Положения о присуждении ученых степеней» в редакции, утвержденной Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 (с последующими изменениями).

В ходе защиты диссертации было высказано следующее критическое замечание:

В диссертации и в автореферате в разделе «Личный вклад» не указано, кто проводил синтез образцов и где были проведены рентгеноструктурные исследования.

Соискатель Прокопьев Д.А. ответил на замечание:

«С замечанием согласен. Данные сведения были приведены в Главе 2 диссертационной работы в соответствующих параграфах, однако не были внесены в раздел «Личный вклад».

Синтез, а также измерения удельной площади поверхности наночастиц и намагниченности наночастиц $\text{Me}@C$ ($\text{Me} = \text{Fe}, \text{Ni}$ и Fe-Co) и Fe_3C были проведены в лаборатории прикладного магнетизма Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук соавторами к.ф.-м.н. М.А. Уйминым, д.ф.-м.н. А.Е. Ермаковым, А.С. Мининым, А.С. Коневым, И.А. Курмачёвым и С.И. Новиковым.

Рентгеноструктурные исследования были проведены в Центре коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов (руководитель отдела рентгеноструктурного анализа к.ф.-м.н. В.С. Гавико).

Хочу подчеркнуть, что я принимал участие во всех исследованиях, представленных в диссертационной работе, и обработках полученных результатов исследования. Обсуждение результатов проводилось совместно с коллегами. Конфликт интересов отсутствует.»

На заседании диссертационного совета 24.1.133.01, проведенном в очном режиме 18 октября 2024 года, было принято решение присудить Прокопьеву Дмитрию Андреевичу ученую степень кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 6 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации 1.3.12. Физика магнитных явлений, 6 докторов наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния, 5 докторов наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту – нет, проголосовали: «за» – 15, «против» – 2, «недейств.» – нет.

Председатель заседания диссертационного совета,
доктор физ.-мат. наук, академик РАН

В.В. Устинов

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физ.-мат. наук

Т.Б. Чарикова

21 октября 2024 г.