

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.285.02  
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО  
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «УРАЛЬСКИЙ  
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА  
РОССИИ Б.Н. ЕЛЬЦИНА», МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_

решение диссертационного совета от 27.11.2015 г. № 16

О присуждении Ушакову Михаилу Вячеславовичу, гражданство Российской Федерации, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Мессбауэровская спектроскопия с высоким скоростным разрешением наночастиц магнетита, маггемита и никелевого феррита» по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния принята к защите 03 июля 2015 г., протокол № 10 диссертационным советом Д 212.285.02 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19; созданным приказом Минобрнауки России № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель, Ушаков Михаил Вячеславович, 1986 года рождения.

В 2009 году окончил ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности «Электроника и автоматика физических установок»; в 2012 г. окончил очную аспирантуру ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния; работает

в должности учебного мастера 2-й категории кафедры экспериментальной физики ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России.

Диссертация выполнена на кафедрах «Экспериментальная физика» и «Физические методы и приборы контроля качества» Физико-технологического института ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России.

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор, заслуженный деятель науки РФ **Кружалов Александр Васильевич**, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Физико-технологический институт, кафедра экспериментальной физики, профессор.

Научный консультант: доктор физико-математических наук, **Оштрах Михаил Иосифович**, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Физико-технологический институт, кафедра физических методов и приборов контроля качества, главный научный сотрудник.

Официальные оппоненты:

**Пресняков Игорь Александрович**, доктор физико-математических наук, ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», Химический факультет, кафедра радиохимии, лаборатория ядерно-химического материаловедения, заведующий лабораторией;

**Филиппов Валентин Петрович**, доктор физико-математических наук, профессор, ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (г. Москва), кафедра прикладной ядерной физики, профессор,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГБУН Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург – в своем

положительном заключении, подписанном Овчинниковым Владимиром Владимировичем, доктором физико-математических наук, профессором, заведующим лабораторией пучковых воздействий, указала, что диссертационная работа Ушакова М.В. представляет собой завершённую научно-исследовательскую работу на актуальную тему. Научные результаты, полученные диссертантом, имеют существенное значение для изучения связи особенностей структуры и магнитных свойств наночастиц, а также для создания магнитных жидкостей с заданными свойствами. Диссертация отвечает требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, а её автор, Ушаков Михаил Вячеславович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Соискатель имеет 19 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 19 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 7. Другие публикации представлены в виде 11 тезисов международных конференций и симпозиумов; 1 статьи, опубликованной в межвузовском сборнике научных трудов.

Общий объем опубликованных работ – 3,38 п.л., авторский вклад – 1,25 п.л.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Ushakov M.V. Magnetic Fluid: Comparative Study of Nanosized  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Suspended in Copaiba Oil Using Mössbauer Spectroscopy with a High Velocity Resolution. / Oshtrakh M.I., Rodriguez A.F.R., Semionkin V.A., Santos J.G., Milder O.B., Silveira L.B., Marmolejo E.M., Ushakov M.V., de Souza-Parise M., Morais P.C. // Journal of Physics: Conference Series. – 2010. – V. 217. – P. 012018-1–012018-5.

2. Ushakov M.V. Iron Environment Non-Equivalence in both Octahedral and Tetrahedral Sites in  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  Nanoparticles: Study Using Mössbauer Spectroscopy with a High Velocity Resolution. / Oshtrakh M.I., Ushakov M.V., Senthilkumar B., Kalai Selvan R., Sanjeeviraja C., Semionkin V.A., Eds. J. Tuček,

L. Machala // In: Proceedings of the International Conference “Mössbauer Spectroscopy in Materials Science 2012”, AIP Conference Proceedings. – Melville: New York, 2012. – № 1489. – P. 115–122.

3. Ushakov M.V. Comparative Study of Iron Oxide Nanoparticles as Prepared and Dispersed in Copaiba Oil Using Mössbauer Spectroscopy with Low and High Velocity Resolution. / Oshtrakh M.I., Šepelák V., Rodriguez A.F.R., Semionkin V.A., Ushakov M.V., Santos J.G., Silveira L.B., Marmolejo E.M., De Souza Parise M., Morais P.C. // Spectrochim. Acta, Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. – 2013. – V. 100. – P. 94–100.

4. Ushakov M.V. Magnetite nanoparticles as-prepared and dispersed in Copaiba oil: study using magnetic measurements and Mossbauer spectroscopy. / Oshtrakh M.I., Ushakov M.V., Semenova A.S., Kellerman D.G., Sepelak V., Rodriguez A.F.R., Semionkin V.A., Morais P.C. // Hyperfine Interactions. – 2013. – V. 219. – P. 19–24.

5. Ushakov M.V. Study of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles using Mossbauer spectroscopy with a high velocity resolution. / Oshtrakh M.I., Ushakov M.V., Senthilkumar B., Selvan R.K., Sanjeeviraja, C., Felner, I., Semionkin, V.A. // Hyperfine Interactions. – 2013. – V. 219. – P. 7–12.

6. Ushakov M.V. Study of maghemite nanoparticles as prepared and coated with DMSA using Mössbauer spectroscopy with a high velocity resolution. / Oshtrakh M.I., Ushakov M.V., Semionkin V.A., Lima E.C.D., Morais P.C. // Hyperfine Interactions. – 2014. – V. 226. – P. 123–130.

7. Ushakov M.V. Study of iron oxide nanoparticles using Mössbauer spectroscopy with a high velocity resolution / Ushakov M.V., Oshtrakh M.I., Šepelák V., Semionkin V.A., Morais P.C. // Spectrochim. Acta, Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. – 2015. – V. 152. – P. 666-679.

На автореферат поступили положительные отзывы:

1. Литвинова Антона Викторовича, кандидата технических наук, старшего научного сотрудника Отдела материаловедения ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН (г.

Екатеринбург). Содержит следующие вопросы и замечания: 1. Неясно, почему вместо химических формул жидкостей-носителей приведены аббревиатуры. При ознакомлении с работой остается непонятным, каким образом проходят химические переходы, образуются молекулярные и электронные связи, поскольку состав и структура жидких реагентов не раскрыта. 2. Чем вообще, в принципе, обусловлен выбор данных реагентов? 3. Чем вызван выбор именно таких температур для мессбауэровских измерений? Также, в задачах работы не указано, что в процессе ее выполнения были, помимо заявленных (295, 90 и 21 К), использованы и иные. 4. Вывод 1 по работе сформулирован несколько амбициозно: никто из исследователей не застрахован от следующего казуса: блестяще решенная физическая задача может в дальнейшем найти иной способ решения, изящней и проще предложенного ранее. 5. Что подразумевается под термином архитектура наночастиц? Было бы правильнее для расшифровки особенностей полученных нанообъектов привести такие понятия, как «дилатация решетки», «микроискажения», «колебания упругих искажений» и т.п.

2. Камнева Александра Анатольевича, доктора химических наук, профессора, ведущего научного сотрудника ФГБУН Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов РАН (г. Саратов). Содержит следующие вопросы и замечания: 1. В автореферате не приведено объяснение или краткое обсуждение возможных причин изменения магнитных свойств наночастиц магнетита в масле копайбы (с. 11) и возрастания величины магнитного сверхтонкого поля на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  в наночастицах магнетита при взаимодействии ионов железа с полярными молекулами масла копайбы (с. 16). 2. В автореферате отсутствует обсуждение вопроса о том, может ли создание оболочек наночастиц из димеркаптосукциновой и олеиновой кислот приводить к образованию их химических связей с ионами железа и может ли это быть причиной появления дополнительных линий в мессбауэровских спектрах. 3. В

автореферате не приведены параметры и не обсуждаются причины появления парамагнитных дублетов в спектрах магнитных наночастиц магнетита при 295 К (с. 15) и маггемита 295 и 90 К (с. 16).

3. Поликарпова Михаила Алексеевича, доктора физико-математических наук, заместителя директора по научной работе Центра фундаментальных исследований Научно-исследовательского центра «Курчатовский институт» (г. Москва). Содержит следующие вопросы и замечания: 1. В работе могли бы быть использованы для сравнения также и релаксационные модели аппроксимации мессбауэровских спектров наночастиц магнетита и маггемита. 2. Для модели, построенной на основе распределений ионов  $Ni^{2+}$  в локальном окружении ядер  $^{57}Fe$  в никелевом феррите, нет оценки возможного вклада поверхности. Не ясно, как это может усложнить модель.

4. Мушников Николай Варфоломеевича, доктора физико-математических наук, член-корреспондента РАН, заведующего отделом магнитных материалов ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН (г. Екатеринбург). Содержит следующие вопросы и замечания: 1. Один из самых серьезных выводов работы – вывод 2, связанный с обнаружением в магнитной жидкости на основе  $Fe_3O_4$  взаимодействия спиновых магнитных моментов Fe с полярными молекулами жидкости-носителя. Автору следовало бы привести в автореферате аргументы в пользу такой нетривиальной интерпретации магнитных и мессбауэровских результатов. 2. Мессбауэровские спектры наночастиц никелевого феррита, приготовленного двумя разными способами (NA и NB) совпадают. В то же время величины удельной намагниченности насыщения (рис. 6) для этих образцов различаются в 5-6 раз. В автореферате отсутствует объяснение этому необычному эффекту. 3. На стр. 11 при описании рис. 4 использована фраза: «зависимости удельного магнитного момента от температуры в магнитном поле FC и в нулевом поле ZFC». Корректно было бы написать: «зависимость удельного магнитного момента

от температуры, измеренные в магнитном поле 400 А/м после охлаждения FC и в нулевом поле ZFC».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их широкой известностью своими достижениями и высокой научной компетентностью в мессбауэровской спектроскопии и изучении нанобъектов, близостью тематики проводимых ими исследований и темы диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **показаны** преимущества применения мессбауэровской спектроскопии с высоким скоростным разрешением (4096 каналов), имеющие большое методологическое значение как для исследования связи структуры и магнитных свойств нанобъектов, так и выбора физической модели для аппроксимации мессбауэровских спектров магнитных нанобъектов;

- **обнаружена** связь большого числа компонент мессбауэровских спектров наночастиц магнетита и маггемита и их сложной структуры: наличие тетраэдрических и октаэдрических позиций ионов железа, поверхностного и внутренних слоев, нанодоменов, а также областей с различным отклонением от стехиометрии;

- **установлено**, что по известным физическим моделям невозможно адекватно аппроксимировать мессбауэровские спектры наночастиц оксидов железа, полученные методом мессбауэровской спектроскопии с высоким скоростным разрешением;

- **разработана** новая физическая модель, основанная на количественной оценке распределения ионов  $Ni^{2+}$  в ближайшем окружении ионов  $Fe^{3+}$  в тетраэдрических и октаэдрических позициях никелевых ферритов, применимая для аппроксимации мессбауэровских спектров наночастиц широкого класса ферритов других металлов (Cu, Co, Zn и т.д.);

- **установлена** связь величины магнитного сверхтонкого поля на ядрах

$^{57}\text{Fe}$  с числом ионов  $\text{Ni}^{2+}$  в ближайшем окружении ионов  $\text{Fe}^{3+}$  в октаэдрических и тетраэдрических позициях наночастиц никелевых ферритов;

- **обоснован** научно-методический подход, описывающий влияние электростатического взаимодействия полярных жидкостей-носителей с катионами железа в поверхностном слое, приводящее к изменению магнитных свойств наночастиц, что позволяет создавать магнитные жидкости с заданными свойствами.

**Теоретическая значимость исследования обоснована** тем, что:

- результаты диссертационного исследования **вносят вклад и существенно расширяют** представление о физике и химии магнитных наночастиц, а также магнитных жидкостей, создаваемых на их основе;

- **применительно к проблематике диссертации впервые показана высокая эффективность** мессбауэровской спектроскопии с высоким скоростным разрешением для получения наиболее полной и качественно новой информации о локальном окружении ядер  $^{57}\text{Fe}$  в железосодержащих наночастицах;

- **получены** данные о влиянии на величины насыщения удельного магнитного момента и сверхтонкого магнитного поля электростатического взаимодействия полярных молекул жидкости-носителя за счет уменьшения степени разупорядочения электронных спинов катионов железа в поверхностном слое наночастиц;

- **разработана** новая физическая модель и **проведена** модельная расшифровка мессбауэровских спектров наночастиц никелевых ферритов с учетом установленных особенностей распределения ионов  $\text{Ni}^{2+}$  в ближайшем окружении ионов  $\text{Fe}^{3+}$  в тетраэдрических и октаэдрических позициях.

**Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждаются** тем, что:

- в плане развития аналитических возможностей мессбауэровской спектроскопии для определения локального окружения ядер  $^{57}\text{Fe}$ , структуры,



магнитных и электронных свойств сложных объектов показана высокая эффективность применения мессбауэровского спектрометра с высоким скоростным разрешением.

- исследованные железосодержащие магнитные наноматериалы представляют большой практический интерес для решения широкого круга биомедицинских задач (направленная доставка лекарств, контрастные агенты МРТ, гипертермия и т.п.) и создания эффективных источников питания. Обоснованы принципы управления магнитными свойствами наночастиц биомедицинскими полярными жидкостями.

#### **Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

- измерения мессбауэровских спектров выполнены на уникальном спектрометрическом комплексе в строгом соответствии со стандартами, принятыми в данной научной области;

- аттестация исследуемых объектов и дополнительные исследования проведены на сертифицированном оборудовании при содействии квалифицированных сотрудников;

- все эксперименты и результаты аппроксимации воспроизводимы, использовались современные методы сбора и обработки исходной информации, представительные выборочные совокупности с обоснованием подбора объектов наблюдения и измерения:

- для всех мессбауэровских параметров приведена оценка статистических и инструментальных ошибок, для спектров приведены разностные спектры (один из важнейших критериев качества аппроксимации);

- полученные результаты непротиворечиво согласуются друг с другом, предлагаемыми физическими моделями и известными литературными данными.

**Личный вклад соискателя** состоит в следующем: постановка цели и задач исследований проведена совместно с научным руководителем и научным консультантом. Диссертантом подготовлены образцы для проведения экспериментов, аппроксимированы мессбауэровские спектры наночастиц магнетита, маггемита и никелевого феррита, оценено распределение ионов  $Ni^{2+}$  в ближайшем окружении ионов  $Fe^{3+}$  в тетраэдрических и октаэдрических позициях. Разработка новой физической модели, построенной на основе распределения ионов  $Ni^{2+}$  осуществлена совместно с научным консультантом. Обработка, анализ и интерпретация экспериментальных данных принадлежит лично автору. Обсуждение результатов и подготовка научных публикаций происходила совместно с научным руководителем и научным консультантом.

На заседании 27 ноября 2015 г. диссертационный совет принял решение присудить Ушакову М.В. ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 19 человек, из них 6 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 19, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель  
диссертационного совета

Ученый секретарь  
диссертационного совета

27 ноября 2015 г.



А

 Кортков Всеволод Семенович

 Ищенко Алексей Владимирович