

АННОТАЦИЯ

диссертации на соискание степени доктора философии (PhD)
по образовательной программе «8D07502 – Стандартизация и сертификация
(по отраслям)»

АКЫЛБАЕВА АЙГЕРИМ КАЙЫПЖАНОВНА

Разработка нормативно-технической документации для проведения ИК-спектрометрических исследований Свойств молекулярных кристаллов

Общая характеристика работы

В диссертационной работе представлены результаты разработки нормативно-технической документации для проведения ИК-спектрометрических исследований свойств молекулярных кристаллов.

Актуальность темы

Стандартизация и сертификация направлена на установление технических требований для многократно применяющихся задач в науке, технике, промышленности, экономике. Конечным результатом является нормативно-технический документ в области технического нормирования, то есть стандарт организации.

Стандартизация, как вид деятельности, направлена на достижение оптимальной степени упорядочения в определенной области. Так, современный индустриальный мир стремится к оптимальной степени упорядочения и особое внимание уделяет точности и качеству научно-технологического производства, что напрямую связано со стандартизацией и метрологией. Это связано с тем, что научные компоненты становятся все более сложными, а требования к контролю качества повышаются. Поэтому разрабатываются новые технологии для выполнения высоких нормативных требований.

Согласно Закону Республики Казахстан «О коммерциализации результатов научной и (или) научно-технической деятельности» коммерциализация результатов научной и (или) научно-технической деятельности наряду с научной и образовательной деятельностью является приоритетным направлением деятельности научных организаций.

В связи с этим возникает необходимость разработки ряда нормативно-технических документов для проведения качественных исследований в области современной физики конденсированных сред. Например, изучение механизмов формирования неупорядоченных систем (метастабильного состояния) является актуальной задачей. Состояние неупорядоченных систем зависит от состояния термодинамической системы и физико-химических свойств. В качестве примера можно рассмотреть молекулярные кристаллы, существующие и образующиеся в условиях низких температур.

С фундаментальной точки зрения молекулярные кристаллы интересны во многих направлениях, таких как физика конденсированного состояния, астрофизика, физика низких температур и материаловедение. Так, кристаллы можно охарактеризовать как вещества в твердом состоянии, где атомы связаны Ван-Дер-Ваальсовыми взаимодействиями. Например, существуют такие молекулярные кристаллы, как азот, монооксид углерода, диоксид углерода, метан. Молекулярные кристаллы интересны собой как объекты для исследования принципиальных проблем в области физики низких температур и физики конденсированного состояния. В целом, кристаллы — это тип кристаллов, которые образуются при очень низких температурах. В этих кристаллах энергия движения частиц сравнима с энергией межмолекулярного взаимодействия. Это означает, что поведение кристаллов определяется квантовой физикой, и их интересно изучать как при термостатировании, так и при термоциклировании. Таким образом, необходимо улучшать контроль внешних параметров криоконденсации и напуск исследуемого вещества для дальнейшего детального исследования обособленной формы полиморфного состояния молекулярных кристаллов.

Разработка нормативно-технических документов (методик) позволит точно контролировать и стандартизировать условия эксперимента для установления однозначной корреляции между свойствами молекулярных кристаллов и условиями их образования.

Стандарты и нормы прописываются с намерением установления порядка действий в каждой конкретной ситуации и области исследования.

На основе вышеизложенного, диссертационная работа посвящена повышению качества проводимых исследований и разработке нормативно-технической документации для проведения ИК-спектрометрических исследований свойств молекулярных кристаллов.

Связь темы диссертации с планом научных работ

Диссертация выполнена в соответствии с утвержденным планом исследования МНВО РК, а также при грантовом финансировании научных исследований по темам: «Структурно-фазовые превращения и релаксационные процессы в тонких пленках криовакуумных конденсатов стеклообразующих органических молекул» (2020-2022 гг., шифр AP08855738, № госрегистрации 0120PK00576); «Исследование влияния криоконденсированного излучения на оптические характеристики рабочих поверхностей криогенного оборудования» (2020-2022 гг., шифр AP08052736); «Исследование процессов криозахвата и десорбции линейных молекул в пленке воды при низких температурах» (2020-2022 гг., шифр AP08855681, № госрегистрации 0120PK00577); «Изучение механизма спекания объемных наноструктурированных термоэлектрических материалов в процессе их формирования» (2022-2024 гг., шифр AP15473758); «Разработка универсальной криоповерхности для охлаждения и научных исследований физико-химических и оптических свойств веществ от комнатных температур до 80 К» (2023-2025 гг., шифр AP19576644).

Целью диссертационной работы является решение научно-технической проблемы обеспечения эффективности стандартизации с помощью разработки нормативно-технической документации по проведению ИК-спектрометрических исследований свойств молекулярных криокристаллов на универсальной криовакуумной установке методом газофазного осаждения.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Провести комплексный анализ проблем получения качественных и стандартизированных результатов ИК-спектрометрических исследований свойств молекулярных криокристаллов;

2. Модернизировать универсальную криовакуумную установку для повышения качества проводимых исследований;

3. Разработать стандартизированную методику калибровки ИК-Фурье спектрометра на универсальной криовакуумной установке для получения материалов с заданными свойствами;

4. Разработать стандарт организации, направленный на получение тонких пленок молекулярных криокристаллов с заданным интервалом неопределенности.

Объектом исследования являются тонкие пленки, нанесенные на холодную подложку при температурах от 10 до 200 К и давлениях от 1 до 1000 μ Торр, коэффициент пропускания которых изменяется при нагревании и охлаждении.

Предметом исследования являются стандартизированные методы исследования теплофизических и оптических свойств молекулярных криокристаллов.

Методы исследования

При решении задач, необходимых для достижения поставленных целей, использовались следующие методы:

Лазерно-интерферометрический метод измерения скорости конденсации, толщины и коэффициента преломления криоконденсатов воды, диоксида углерода, фреона 134а и смеси метана;

ИК-спектроскопический метод анализа процессов структурно-фазовых превращений фреона 134а и смеси метана с помощью ИК-Фурье спектрометра;

Термодесорбционный метод определения теплофизических и оптических параметров в образцах фреона 134а и смеси метана.

Научная новизна работы заключается в том, что впервые

1. Модернизирована универсальная криовакуумная установка новым оборудованием и программным обеспечением, что позволяет качественно исследовать фундаментальные характеристики криоконденсированных систем при низких температурах.

2. Разработана и утверждена методика калибровки ИК-Фурье спектрометра универсальной криовакуумной установки, что позволило

получить материалы с заданными свойствами, например, такие как тонкие пленки криокристаллов.

3. Разработана стандартизированная методика измерений на универсальной криовакуумной установке, которая позволяет повысить качество проводимого эксперимента и может применяться для ИК-спектрометрических исследований свойств молекулярных криокристаллов.

Положения, выносимые на защиту

1. Модернизированная универсальная криовакуумная установка обеспечивает контроль напуска исследуемого вещества при давлении в диапазоне от 1 до 100 μ Торр, и увеличивает спектральный диапазон с 420-4200 $1/\text{см}$ до 370-7800 $1/\text{см}$ с разрешением от 1 $1/\text{см}$ до 0,5 $1/\text{см}$ при получении ИК-спектров во время эксперимента, при этом снизив среднее время выполнения стандартного эксперимента в 4 раза (с 8 часов до 2 часов).

2. Разработанная методика калибровки для ИК-Фурье спектрометра универсальной криовакуумной установки позволяет обеспечить оценку достоверности результатов экспериментальных данных в интервале волновых чисел 400-7800 $1/\text{см}$ с доверительной вероятностью 95 % и коэффициентом охвата равным 2.

3. Разработанная стандартизированная методика измерений эффективно используется при получении и анализе тонких пленок молекулярных криокристаллов в условиях сверхнизкого вакуума в диапазоне от 0,1 до 100 μ Торр и низкой температуры от 10 до 50 К.

Теоретическая и практическая значимость работы

Результаты данного исследования, наряду с разработкой нормативно-технической документации по ИК-спектрометрическим исследованиям свойств молекулярных криокристаллов, позволят сделать фундаментальные исследования в области низкотемпературной физики конденсированного состояния.

В ходе выполнения диссертационной работы разработана методика получения тонкой пленки криокристалла, методика выполнения измерения оптических свойств тонких пленок криокристаллов, а также методика калибровки для ИК-Фурье спектрометра.

При модернизации и внедрении новой методики выполнения измерений достигнуто не только улучшение качества проводимого эксперимента, но и достигнут значительный экономический эффект от внедрения полученных нормативно-технических документов, который составляет 25 млн. тенге за 36 месяцев.

Результаты работы внедрены в Испытательную лабораторию ТОО «Ғылыми-зерттеу орталығы «Алматы-Стандарт»», получен акт внедрения.

Практическая значимость полученных результатов подтверждается публикациями в международных рецензируемых изданиях и участием в регулярных международных конференциях, а также патентом РК № 7959, авторским свидетельством РК № 33250.

Личный вклад автора заключается в том что, самостоятельно осуществил весь процесс исследования, от выбора метода исследования до

разработки нормативно-технической документации. Автор также работал совместно с руководителями над постановкой задач и обсуждением результатов.

Достоверность и обоснованность полученных результатов

Достоверность и обоснованность полученных результатов подтверждается публикациями в высокорейтинговых журналах дальнего зарубежья с высоким импакт-фактором и в изданиях, рекомендованных КОКСНВО МНВО РК для публикации основных результатов научной деятельности, и в трудах международных научных конференции ближнего и дальнего зарубежья.

Апробация диссертационной работы и публикации

Основные результаты по теме диссертационной работы опубликованы в 14 научных печатных работах, в том числе в 2 статьях в научных изданиях, входящих в международные информационные ресурсы Web of Science (Clarivate Analytics, США) и Scopus (Elsevier, Нидерланды), 4 статьях в научных изданиях, рекомендованных КОКСНВО МНВО РК для получения ученой степени доктора философии (PhD), 6 работах в виде тезисов на международных конференциях, патенте на полезную модель и свидетельстве о внесении сведений в государственный реестр прав на объекты, охраняемые авторским правом РК.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти разделов, заключения, списка использованных источников и содержит четырнадцать приложений. Работа изложена на 194 страницах машинописного текста, иллюстрируется 52 рисунками, приведено 18 формул, 26 таблицы, список использованных источников содержит 143 наименования и 14 приложений.