

ВІДГУК

офіційного опонента д-ра техн. наук, проф. Косач Н.І. на дисертаційну роботу
Сичікової Яни Олександрівни
«Науково-методологічні засади оцінювання якості й властивостей наноструктур
на поверхні напівпровідників»,
яку подано на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук
за спеціальністю 05.01.02 – стандартизація, сертифікація та
метрологічне забезпечення

Дисертаційна робота Я.О. Сичікової складається зі вступу, шести розділів, висновків, списку використаних джерел і додатків. Загальний обсяг роботи становить 442 сторінки друкованого тексту, який містить 316 сторінок основного тексту, 78 таблиць і 119 рисунків, з яких 8 рисунків і 16 таблиць розташовані на 32 окремих аркушах, список використаних літературних джерел з 379 найменувань на 41 сторінці і 7 додатків на 50 сторінках.

Дисертацію написано українською мовою, оформлено відповідно до вимог чинного документу «Вимоги до оформлення дисертації», затверджених Наказом МОН України від 12.01.2017 № 40.

Дисертаційна робота, що опонується, є завершеною працею, яка містить у собі нові науково обґрунтовані теоретичні та експериментальні результати, що в сукупності вирішують важливу науково-прикладну проблему в області нанотехнологій – створення методології синтезу і оцінювання якості наноструктур із заданими властивостями на поверхні напівпровідників шляхом розроблення сучасної системи уніфікованих вимог до якості наноматеріалів, науково-технічних зasad стандартизації, створення стандартних зразків, оцінювання нанотехнологічної продукції за ступенем її потенційної екологічної небезпеки протягом всього життєвого циклу.

Актуальність обраної теми

На сьогодні нанотехнології є стратегічним, інноваційним напрямом розвитку практично всіх галузей науки і техніки. Це пов'язано з тим, що застосування нанотехнологій надає можливість створювати нові матеріали, унікальні і високоточні пристрої та пристрій самого різного призначення із наперед заданими властивостями. Усвідомлення зростаючої ролі наноматеріалів у різних галузях промисловості стало поштовхом до розроблення нанотехнологічних стратегій для урядів більш ніж 50 країн світу, а більш ніж 30 країн мають свої національні програми її розвитку. Початком цілеспрямованого нормативного регулювання нанотехнологічної галузі можна вважати комісією Єврокомісії «На шляху до європейської стратегії нанотехнологій», представленої у 2004 році у



Люксембурзі, а системні заходи з реалізації стратегії нанотехнологій у ЄС були сформульовані в доповіді «Нанонауки і технології: план дій для Європи 2005-2009 р.р.». В Україні також нанотехнології визнано пріоритетним напрямом інноваційної діяльності, що констатовано у розділі «Освоєння нових технологій виробництва матеріалів, їх оброблення і з'єднання, створення індустрії наноматеріалів та нанотехнологій» Постанови КМУ «Деякі питання визначення середньострокових пріоритетних напрямів інноваційної діяльності загальнодержавного рівня на 2017-2021 роки» від 28.12.2016 № 1056. Таку велику увагу до нанотехнологій обумовлено тим, що класичні методи виробництва наближаються до своїх природних економічного та технологічного бар’єрів, коли економічні витрати на виробництво продукції зростають непропорційно до її якості та можливостей. Використання нанотехнологій дозволяє у визначеній мірі знізити цей дисбаланс. Питаннями врегулювання єдиних підходів щодо нанотехнологій займається Технічний комітет з нанотехнологій ISO/TC 229, яким розроблено близько 1100 стандартів, що стосуються як термінів визначень та класифікації, так і керівництв та практик синтезу, методів випробувань та паспортізації властивостей, застосування та утилізації, забезпечення безпеки та оцінки ризиків, засобів і методів інформаційної підтримки продукції наноіндустрії.

Але, нанотехнології розвиваються дуже швидко, що приводить до того, що ряд стандартів стають неактуальними, замінюються новими, деякі знаходяться в стадії розробки. Залишаються відкритими, але вельми важливими такі моменти, як актуалізований єдиний підхід до визначення поняття, що таке нанотехнології та нанопродукти, критерії і методики оцінювання якості наноструктур, синтезованих на поверхні нанотехнологічної продукції, питання їх безпечної застосування, створення стандартних зразків складу наноструктур з нормованими властивостями, що дало би можливість синтезувати та регламентувати зразки для використання їх як еталонні.

Враховуючи те, що застосування нанопродукції дуже різноманітне: медицина, авіабудування, електроніка, створення спеціального одягу, енергетика, сільське господарство тощо виникає необхідність створення наноматеріалів з різними наперед заданими властивостями. Одним з необхідних елементів застосування наноматеріалів є їх якість і безпека протягом всього їхнього життєвого циклу, забезпечення чого потребує певних зусиль при їх синтезуванні, а також встановлення єдиного підходу до процесів управління якістю наноструктур і дослідження їхніх властивостей. Але на сьогодні відсутні чіткі вимоги і нормативні документи до якості наноматеріалів (основних їх показників), стандартних зразків тощо, тому актуальними є дослідження з встановлення критеріїв якості наноматеріалів та умов, за яких можливе синтезування

наноматеріалів із заданими властивостями і рівнем небезпеки, визначення кореляції між умовами синтезу та основними їх показниками. Крім того залишається відкритим питання регулювання всього життєвого циклу наноматеріалів, зокрема їх зберігання, пакування, транспортування і утилізації з точки зору екологічної безпеки.

Вирішення всіх цих аспектів синтезу і оцінювання якості й властивостей наноструктур на поверхні напівпровідників присвячена робота Я.О. Сичікової і тому вона, безумовно, актуальна.

Новизна та обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, їх достовірність

В результаті виконаних теоретичних і експериментальних досліджень сформульовані в дисертаційній роботі завдання, які в сукупності й формують поставлену в ній науково-прикладну проблему, вирішенні й, зокрема, отримані наступні основні нові наукові результати, положення, висновки та рекомендації:

- вперше:

- розроблено узагальнену модель синтезу наноструктур на поверхні виробів та методологію управління цим процесом і якістю нанопокриття шляхом застосування принципів системного і процесного підходів, що дозволило детермінувати процеси формування наноструктур із заданими властивостями на поверхні різних типів напівпровідників,

- визначено узагальнений критерій якості наноструктур, синтезованих на поверхні напівпровідників, який базується на часткових показниках, що дозволяє уніфікувати вимоги до нанопродукції, визначити якість як кожного її окремого зразка, так і партії за кількісною оцінкою, ранжувати оцінені зразки за рівнем якості,

- запропоновано й реалізовано метод створення стандартних зразків складу поруватих напівпровідників, який надав можливість синтезування та описання зразків, які можна використовувати як еталонні для метрологічних досліджень, верифікації методик оцінювання якості наноструктур тощо;

- уdosконалено методи визначення

- критерію якості синтезу наноструктур на поверхні напівпровідників із заданими властивостями, який регламентує оптимальні умови та режими оброблення напівпровідників з метою нормованого наноструктурування їхньої поверхні;

- функціонального критерію якості та проведення структурного аналізу наноструктурованих матеріалів з метою використання їх як зразків, життєздатних для зберігання електрохімічної енергії (суперконденсаторів) та створення фотоелектричних перетворювачів енергії;

- отримали подальший розвиток методи оцінювання наноматеріалів за ступенями їх потенційної небезпеки з метою виявлення продукції наноіндустрії, що представляє небезпеку для екології, життя й здоров'я людини протягом всього життєвого циклу.

Треба відмітити, як велими позитивне:

- глибокий висококваліфікований критичний аналіз сучасного стану і тенденцій розвитку нормативної бази у галузі нанотехнології взагалі та якості і безпеки наноматеріалів, зокрема;
- конструктивне наглядне подання розв'язання поставлених у дисертаційної роботі завдань у вигляді структурно-логічної схеми дисертаційних досліджень;
- розробку на базі створеної моделі синтезуnanoструктур й верифікацію стандарту підприємства «Поруваті nanoструктури на основі напівпровідників. Методика визначення показників якості» та стандартний зразок складу поруватого фосфіду галію;
- виконання досліджень на рівні винаходів – захищеність 4-ма патентами України.

Разом з тим, незважаючи на дуже великий об'єм висококваліфіковано виконаних експериментальних досліджень і репрезентативність отриманих результатів (розділ 3), їх метрологічні аспекти бажають більш ретельного, детального висвітлення.

Обґрунтованість наукових результатів, положень, висновків та рекомендацій, сформульованих у дисертації, обумовлено системним підходом, коректністю постановки і рішення завдань дослідження, використанням широко апробованих методів методології IDEF0 (ICAM Definition), кваліметрії, аналізу ієрархій, теорії вимірювань.

Достовірність наукових результатів, положень, висновків та рекомендацій, сформульованих у дисертації, підтверджується репрезентативними результатами виконаних експериментальних досліджень.

Верифікацією розроблених математичних моделей, алгоритмів, запропонованих методів є їх апробація на міжнародному й національному рівнях, упровадження у виробничу діяльність підприємств «ТД Спецпропостач», ТОВ «Автосоюз», науково-виробничу фірму ТОВ «Термінал», ПВКП «Орієнタル».

Таким чином, отримані здобувачем нові науково обґрунтовані результати в сукупності є значним досягненням у створення ефективної, науково обґрунтованої методології синтезу та оцінювання якості й властивостей nanoструктур на поверхні напівпровідників.

Практична цінність отриманих у дисертації результатів полягає в тому, що в ній розроблено:

- систему оцінювання якості наноструктур, що дозволяє виготовляти нанопродукцію із заданими властивостями;
- систему управління процесом електрохімічного розчинення кристалу, що дозволило забезпечити визначений стан керованої системи та створити стандартний зразок хімічного складу поруватого фосфіду галію, призначений для проведення верифікації і контролю коректності методик вимірювання масової частки елементів методом енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії, контролю метрологічних характеристик при проведенні випробувань і точності результатів вимірювань та технологічних процесів синтезу поруватих зразків фосфіду галію;
- стандарт підприємства «Поруваті наноструктури на основі напівпровідників. Методика визначення показників якості», що дозволяє здійснювати комплексне оцінювання якості поруватих наноструктур, синтезованих на поверхні напівпровідників, за однією легітимною уніфікованою методикою;
- методику «Наноматеріали. Визначення екологічної безпеки наноматеріалів протягом життєвого циклу», що дозволяє визначати рівень небезпеки продукції, яка містить нанооб'єкти, та встановлює необхідність проведення екологічної експертизи.

Рівень впровадження

Результати дисертаційної роботи, судячи з відповідних актів впровадження, у достатній мірі впроваджені у виробничий процес:

- підприємства «ТД Спецпромпостач», м. Дніпро, при визначення якості зразків поруватого фосфіду галію, розробленні технології їх створення, що дозволило оптимізувати процес розроблення стандартних зразків і встановлення атестованих характеристик поруватих шарів фосфіду галію, сприяло розвиненню метрологічного забезпечення хімічних вимірювань у напряму вимірювання хімічного складу наноструктурованих матеріалів;
- ФОП Сипченко В.Я., м. Бердянськ, при експертній оцінки та утилізації матеріалів, які можуть містити наночастинки, що дозволило забезпечити виконання вимог вимірювання хімічного складу матеріалів, оцінки їх властивостей та безпеки експлуатації;
- ТОВ «Автосоюз», с. Луначарське, при використанні поруватих наноматеріалів, зокрема, як зразків, життездатних для зберігання електрохімічної енергії, що дозволило створити технічні засади захисту інтересів споживачів продукції;

– науково-виробничої фірми «Термінал», м. Бердянськ, при оцінюванні якості наноматеріалів та виробів техніки, що можуть містити наноматеріали, та порувастих наноструктур на основі напівпровідників, що розширило впровадження цих виробів на ринок;

– підприємства «Орієнтал», м. Бердянськ, при визначення екологічної безпеки та оцінювання потенційної небезпеки наноматеріалів протягом життєвого циклу, які можуть міститися у пристроях електроніки, що дозволило забезпечити виконання вимог екологічної безпеки створення та використання пристрояв електроніки.

Все це підтверджує новизну і безумовну практичну цінність роботи.

Доцільно рекомендувати більш широке використання отриманих у дисертаційної роботі результатів у організаціях, які розробляють наноматеріали, здійснюють нанопокриття виробів, проводять оцінювання якості та безпеки наноматеріалів, нанопродукції.

Повнота викладення основних наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, в опублікованих працях

Основні результати дисертаційної роботи повно відображені в наукових працях здобувача, а саме: у 4 монографіях (1 одноосібна, 1 англійською мовою у закордонному виданні), 25 статтях у закордонних і фахових наукових виданнях України, серед яких 16 праць у виданнях, що індексуються у наукометричній базі даних SCOPUS.

У публікаціях є повний опис наукових результатів роботи, які виносяться на захист.

Робота пройшла необхідну апробацію: її основні наукові положення, висновки та рекомендації доповідалися та обговорювалися на 11 національних і міжнародних конференціях.

Публікації в повному обсязі відображають основні результати дисертаційної роботи.

Авторська участь здобувача в спільних працях відзначена у висновку організації, де виконувалася дисертація, з якого слідує, що основні результати дисертаційної роботи, які виносяться на захист, отримані безпосередньо здобувачем.

Зміст дисертаційної роботи відповідає

– паспорту спеціальності 05.01.02 – стандартизація, сертифікація та метрологічне забезпечення, а саме:

- формулі: «Галузь науки, яка вивчає створення, оптимізацію та вдосконалення нормативної бази та механізмів її застосування, методи та

засоби до всіх галузей науки, техніки, народного господарства, а також ефективного метрологічного забезпечення єдності вимірювань і випробувань» та

- таким напрямам досліджень:

– «Науково-технічні засади створення нормативних документів з питань безпеки продукції (процесів, робіт, послуг) для життя, здоров'я, майна громадян, охорони довкілля та безпеки народногосподарських об'єктів з урахуванням ризику виникнення природних і техногенних катастроф» – розроблено єдиний порядок визначення рівня небезпеки продукції, що містить нанооб'єкти, регламентовано процедури проведення її екологічної експертизи, розроблено відповідну методику з визначення екологічної безпеки наноматеріалів протягом їх життєвого циклу,

– «Створення нових і вдосконалення наявних засобів і методів оцінювання точності вимірювань і якості продукції та послуг для забезпечення конкурентоспроможності на світовому ринку» – розроблено методи оцінювання якості наноструктур і стандарт підприємства, у якому реалізовано розроблену методику визначення показників якості поруватих наноструктур на основі напівпровідників,

– «Розроблення систем уніфікації вимог до науково-технічної продукції, дослідження сумісності та взаємозамінності продукції» – визначено узагальнений критерій якості наноструктур, синтезованих на поверхні напівпровідників, що дозволяє уніфікувати вимоги до нанопродукції, визначити якість як кожного її окремого зразка, так і партії за кількісною оцінкою, ранжувати оцінені зразки за рівнем якості,

– «Дослідження складу та властивостей матеріалів і речовин для створення стандартних зразків» – запропоновано й реалізовано метод створення стандартних зразків складу поруватих напівпровідників, створено стандартний зразок складу поруватого фосфіду галію;

- профілю спеціалізованої вченої ради Д 64.827.01.

Результати наукових досліджень, за якими здобувач в 2013 р. захистив кандидатську дисертацію за темою «Морфологічні властивості наноструктур, сформованих на поверхні монокристалічного фосфіду індію методом електрохімічного травлення», спеціальність 01.04.10 – фізика напівпровідників та діелектриків, не виносяться на захист даної докторської дисертації.

Автореферат дисертаційної роботи адекватно відображає її основний зміст, положення, висновки, рекомендації, що виносяться на захист.

Однак, незважаючи на те, що дисертаційна робота Я.О. Сичікової, в цілому, оцінюється велими позитивно, її властива ряд недоліків і, в першу чергу:

- I. Для прикладу синтезу наноструктур здобувач застосовує

напівпровідники групи АЗВ5, але не зазначено, чому обрано саме напівпровідники цієї групи, а не іншої, наприклад, групи А2В6.

2. Одним із показників якості поруватих наноструктурованих шарів визначено значення поверхневої поруватості. Але у традиційній порометрії використовується значення об'ємної поруватості. Здобувачем не пояснено, чому саме поверхнева поруватість обрано показником якості.

3. На стор. 92 здобувач стверджує: «Тобто тут і далі будемо вважати, що «управління якістю» і «забезпечення якості» є синонімами», що не є вірним, тому що управління якістю – це управління стосовно якості, яке може охоплювати формування політики та встановлення цілей у сфері якості, а також процеси, щоб досягти цих цілей через планування, забезпечення, контролювання та поліпшування якості, забезпечення ж якості – це складова частина управління якістю, зосереджена на створюванні впевненості в тому, що вимоги щодо якості будуть виконано (ДСТУ ISO 9000:2015).

4. На стор. 105 у формулі (2.12) здобувач увів критерій завершення процесу синтезу наноструктур ($K_a \geq K_{a\text{ необ.}}$) який, на мій погляд, є досить суворим, тому що потребує необґрунтованої витрати ресурсів для забезпечення їх якості (K_a) вище необхідної ($K_{a\text{ необ.}}$); достатнім є критерій ($K_a \sim K_{a\text{ необ.}}$).

5. На стор. 108 здобувач стверджує: «... стас можливим проведення багатокритеріальної оптимізації», але самі критерії, за якими це можливо, не наводить.

6. На стор. 128 доводиться: «в місцях виходу дислокацій на поверхню або місцях скупчення точкових дефектів» спостерігається утворення масивних кристалів (рис. 3.8) і їх «електричне розчинення відбувається за іншим механізмом». Однак суть цього механізму у роботі не наведено.

7. На стор. 138 затверджується: «форма платинового катоду практично не впливає на однорідність шарів поруватого шару», що викликає сумнів у її коректності, тому що варіації форми катода можуть приводити до порушення однорідності електричного поля і, як слідство, до просторової неоднорідності електрохімічного травлення під час синтезу наноструктур на поверхні напівпровідників.

8. Виконані метрологічні дослідження характеристик нанопоруватих шарів синтезованих на поверхні напівпровідників (пункт 3.3) дуже репрезентативні – визначено гістограми розподілу пор за діаметром, його моди, медіани, показники варіації і форми, центральні моменти, доказано нормальний закон розподілу вибірки тощо. Але не зазначено кількість спостережень при формуванні вибірки, достовірність (границі допустимих похибок) отриманих при цьому результатів.

9. Середня площа пор у синтезованому шарі (табл. 3.11) обчислена невірно – повинно бути $0,00593 \text{ мкм}^2$. Очевидно, це мас місце і у табл. 3.12 – їх

усередненому значенні по 20 зразкам.

10. У таблицях 3.14 і 3.15 приведені не «відносні похибки», як це зазначено, а границі допустимих відносних похибок вимірювань.

11. Судячи з тексту дисертації (п.3.5), для стабілізації властивостей наноструктур пропонується використовувати пасивацію, при цьому наведено три різні технології – халькогенідна пасивація, пасивація шаром власного окислу та пасивація плівкою графіту. Але не визначено, у яких випадках доцільно застосовувати ту чи іншу технологію.

12. На стор. 217, рис. 4.11 здобувачем не пояснено, чому у застосованій електричній комірці для синтезу наноструктур на поверхні напівпровідників катод розміщено саме ортогонально поверхні напівпровідника. Очевидно, що при цьому в електроліті (травнику) створене електричне поле буде дуже неоднорідним і не забезпечується необхідне рівномірне надходження іонів електроліту до поверхні напівпровідника; викликає сумнів, що наявність міксера допоможе це віправити.

13. На стор. 253 у визначені морфологічного критерію K_m (5.7), на стор. 255 у визначені хімічного критерію K_x (5.15) і на стор. 298 при визначенні часткових критеріїв K_i (6.6) якості уведені коефіцієнти вагомості a_i , b_i і z_y але методологія їх нормування у роботі не розкрита.

14. На стор. 257 у (5.18) дисперсію концентрації елемента на поверхні визначено некоректно; у знаменнику має бути $(n - 1)$, не визначено інтервал підсумовування.

15. В роботі мають місце некоректності, неточності й, зокрема:

- наведений у дисертації УДК декілька відрізняється від наведеного у авторефераті, а саме: у дисертації – ... (043.5), а авторефераті – ... (043.3);
- на стор. 100 у (2.3) описка «максимально...», у системі (2.4) – індекси при знаках підсумовування у рівняннях однакові i , мають бути i та j , відповідно;
- на стор. 102 у поясненні до (2.7) замість τ_1 , τ_2 , τ_3 має бути τ_1 , τ_2 , τ_3 ;
- на стор. 132, рис. 3.11 і на стор. 173 рис. 3.31 відсутнє оцифрування вертикальної осі;
- на стор. 168 формули (3.18) і (3.19) некоректні; у (3.18) не визначено границю підсумовування (2 або 5), у (3.19) – індекс членів підсумовування;
- на стор. 332 замість нумерації рисунка 6.16 має бути 6.10; у п.6.3 некоректність нумерації таблиць.

Але, незважаючи на те, що зроблені зауваження декілька знижують, як відмічалося раніше, високу оцінку роботи, можна констатувати, що вони не стосуються основних положень дисертації, що виносяться на захист.

Загальна оцінка дисертації

На основі проведеного аналізу можна зробити висновок, що дисертаційна робота Я.О. Сичікової є завершеною науковою працею, яка містить нові науково обґрунтовані теоретичні та експериментальні результати, що в сукупності вирішують важливу науково-прикладну проблему в області нанотехнологій – створення методології синтезу і оцінювання якостіnanoструктур із заданими властивостями на поверхні напівпровідників шляхом розроблення сучасної системи уніфікованих вимог до якості наноматеріалів і науково-технічних засад стандартизації, створення стандартних зразків, оцінювання нанотехнологічної продукції за ступенем її потенційної екологічної небезпеки протягом всього життєвого циклу, відповідає науковому рівню робіт, що подаються на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук, та паспорту спеціальності 05.01.02 – стандартизація, сертифікація та метрологічне забезпечення.

За актуальністю, практичною цінністю, обґрунтованістю результатів виконаних досліджень, кількістю публікацій та ступенем апробації дисертаційна робота Я.О. Сичікової «Науково-методологічні засади оцінювання якості й властивостей nanoструктур на поверхні напівпровідників» задовільняє вимогам п. 9, 10, 12 – 14 «Порядку присудження наукових ступенів» щодо докторських дисертацій, затвердженого постановою КМУ від 24.07.2013 р. № 567 (зі змінами), діючим на сьогодні пунктам Наказів Міністерства освіти і науки, молоді і спорту України «Про опублікування результатів дисертації на здобуття наукових ступенів доктора і кандидата наук» від 17.10.2012 №112 і від 03.12.2013 №1380, а й автор Сичікова Яна Олександрівна заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.01.02 – стандартизація, сертифікація та метрологічне забезпечення.

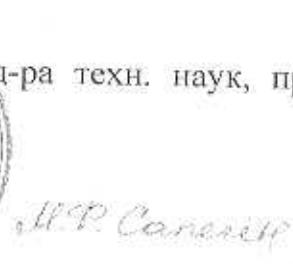
Офіційний опонент

Начальник відділу управління якістю
Державного підприємства
«Харківський машинобудівний завод «ФЕД»
д-р техн. наук, проф.


Н.І. Косач

Підпис начальника відділу управління якістю, д-ра техн. наук, проф.
Косач Н.І. завіряю


Начальник відділу управління якістю


Н.І. Косач

