



«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»  
(НИТУ «МИСИС»)

119049, Москва, Ленинский проспект, 4

Тел. 955-00-32; Факс: 236-21-05

<http://www.misis.ru>

E-mail: [kancela@misis.ru](mailto:kancela@misis.ru)

ОКПО 02066500 ОГРН 1027739439749

ИНН/КПП 7706019535/ 770601001

№ \_\_\_\_\_

На № \_\_\_\_\_



Утверждаю

Проректор по науке и  
инновациям НИТУ «МИСИС»

М.Р.Филонов

## ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертацию Волкова Юрия Олеговича  
«Диагностика поверхностей твердотельных и комплексных жидкофазных  
систем методами рентгеновской рефлектометрии и диффузного рассеяния в  
условиях скользящего падения излучения», представленную на соискание  
учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности  
01.04.07 — «физика конденсированного состояния»

Диссертационная работа Волкова Ю.О. посвящена изучению строения  
поверхностей и приповерхностных слоёв твердотельных и жидких подложек,  
а также сформированных на них тонких плёнок, комплексным методом,  
включающим в себя анализ угловых зависимостей отражения рентгеновского  
излучения с учётом диффузного рассеяния на шероховатостях границ  
раздела.

Актуальность развития методов анализа данных рефлектометрии  
обусловлена необходимостью изучения нерегулярных структур с сильно  
нарушенными границами раздела (в том числе органических плёнок на  
поверхности жидких фаз). Преимущество рентгеновских методов (в  
частности, рентгеновской рефлектометрии) в исследовании подобных  
объектов заключается в неразрушающем характере зондирования; однако  
интерпретация экспериментальных данных и восстановление внутренней  
структуры, как правило, требует значительного количества априорных

сведений об изучаемом объекте, достаточных для представления общей модели структуры. Подобное возможно для упорядоченных многослойных структур и тонких плёнок, но в случае нерегулярных систем основной интерес представляют структурные особенности, плохо описываемые априорными моделями. Следовательно, для корректного восстановления таких структур по данным рефлектометрии требуется применение более общих модельно-независимых подходов к решению обратной задачи. Важно, что в настоящей работе впервые проведено последовательное сравнение различных подходов к решению обратной задачи рентгеновской рефлектометрии и проанализированы их возможности при исследовании объектов различной природы. Помимо этого, существенное значение имеет учёт рассеяния на границах раздела с привлечением экспериментально измеренных статистических параметров шероховатости вместо применения её упрощённых моделей.

Научная новизна работы, прежде всего, заключается в успешно апробированном подходе к восстановлению внутренней структуры планарных объектов, сочетающем различные методы решения обратной задачи с точным учётом рассеяния на шероховатостях. Такой подход позволяет проводить исследование широкого спектра поверхностей и приповерхностных слоёв, для которых применение одного из методов по отдельности затруднено.

Во-вторых, с применением предложенного подхода в работе было изучено перестроение приповерхностного нарушенного слоя на лейкосапфировых подложках при высокотемпературном отжиге в различных средах. При этом впервые одновременно были проанализированы как изменение плотности нарушенного слоя, так и изменение характера шероховатости, что позволило установить качественную зависимость характера перестроения нарушенного слоя от среды отжига.

В-третьих, при исследовании структуры плёнок оксида гафния.

который, как известно, является перспективным материалом для подзатворных диэлектриков проведено сравнение двух различных методов их нанесения (атомного наслаивания и гидридной эпитаксии). Показано, что в первом случае удастся получить более структурно совершенные слои с меньшей шероховатостью границ раздела, что создает возможность технологического применения данного способа нанесения.

Наконец, подробно изучено строение двойного заряженного слоя на поверхности жидкого кремнезоля (коллоидного водного раствора наночастиц оксида кремния). Это позволило уточнить существующие теоретические представления о структуре поверхности подобных растворов. Так впервые было экспериментально продемонстрировано спонтанное упорядочение структуры плёнок фосфолипида, наносимых на поверхность кремнезольей.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, списка публикаций по материалам диссертации и списка цитируемой литературы. Во введении обозначена цель работы, обоснована её актуальность, указаны новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе проведён литературный обзор теоретических основ описания процессов отражения и рассеяния рентгеновского излучения от слабошероховатой поверхности в условиях скользящего падения.

Во второй главе на ряде тестовых распределений диэлектрической проницаемости проанализированы пределы применимости и корректность получаемого результата для ряда методов решения обратной задачи рефлектометрии. Рассмотрены методы, основанные на параметрической модели, на максимизации энтропии, а также на асимптотическом продолжении коэффициента отражения в область больших углов (АПКО). Также изложен самосогласованный алгоритм восстановления структуры объекта по данным рефлектометрии с одновременным извлечением статистических спектров шероховатости границ раздела.

В третьей главе рассмотрены методические особенности проведения

экспериментов по рефлектометрии и диффузному рассеянию, а также обработки полученных экспериментальных данных. Дано краткое описание экспериментальных установок, использованных для проведения измерений в рамках работы. Проанализированы критерии для выбора элементов рентгеновской оптики, используемых в этих экспериментальных установках (в частности, кристаллических монохроматоров), а также влияние их качества на процедуру восстановления структуры исследуемых объектов.

Четвёртая глава посвящена диагностике наноразмерных плёнок оксида гафния на кремнии, синтезированных различными технологиями эпитаксиального осаждения (атомным наслаиванием и гидридной эпитаксией). Проанализирована зависимость внутренней однородности плёнок от их толщины, а также изучен характер ростовой шероховатости и структура границ раздела. На основе полученных результатов дана сравнительная оценка перспективности рассмотренных технологий синтеза.

Пятая глава содержит результаты диагностики неоднородных приповерхностных слоёв твердотельных и жидких образцов. В её первом разделе подробно изложены результаты анализа изменений в структуре нарушенного слоя поверхности лейкосапфировых подложек, подвергнутых высокотемпературному отжигу в вакууме и воздушной среде. Представленные распределения диэлектрической проницаемости и спектры шероховатости поверхности до и после отжига показывают, что характер перестроения поверхности зависит от среды отжига: так, в вакууме наблюдается уплотнение нарушенного слоя, в то время как на воздухе обнаружено его разрыхление. Помимо этого, продемонстрировано увеличение анизотропии шероховатости в ходе температурной обработки.

Во втором разделе пятой главы приведён анализ расслоения, наблюдаемого на поверхности кремнезоля. Модельно-независимый расчёт распределения диэлектрической проницаемости сопоставлен с



теоретической моделью двойного заряженного слоя; показано, что реальные параметры возникающих слоёв согласуются с характерными размерами наночастиц в растворе, при этом обнаружено формирование вторичного слоя упорядоченных частиц, не учтённого существующей теоретической моделью. Помимо этого, экспериментально продемонстрировано спонтанное упорядочение плёнки фосфолипида при нанесении её на кремнезольную подложку.

В заключении кратко сформулированы основные результаты проведённых исследований и выводы на их основе.

В части практической значимости работы необходимо отметить, что предложенное в работе сочетание нескольких методов решения обратной задачи рефлектометрии с расчётом спектров шероховатости поверхностей по распределению диффузного рассеяния позволяет проводить исследование широкого спектра неоднородных систем, включая как кристаллические подложки и тонкоплёночные структуры, так и жидкофазные объекты. Эта возможность наглядно подтверждена экспериментальной частью диссертационной работы.

Полученные автором сведения о зависимости характера перестроения поверхности лейкосапфира и изменения её шероховатости в зависимости от среды отжига могут быть эффективно применены в совершенствовании технологии суперфинишной обработки сверхгладких сапфировых подложек. Управление характером шероховатости имеет критическое значение в процессе последующего синтеза на таких подложках КНС-структур для микроэлектроники, а также, по нашему мнению, для формирования квантовых наноструктур для селективной оптики. Отметим, что результаты работы в данной области были применены для развития технологии обработки кристаллов в других подразделениях Института кристаллографии РАН.

Продемонстрированный в работе метод формирования многослойных планарных фосфолипидных структур на жидких подложках с

использованием эффекта спонтанного упорядочения может быть применён для приготовления модельных образцов биологических мембран с целью изучения их биохимических свойств.

По диссертационной работе Волкова Ю. О. можно сделать следующие замечания:

1. В ходе анализа структуры плёнок оксида гафния указывается, что используемый подход к анализу данных рефлектометрии и диффузного рассеяния позволяет извлекать спектры шероховатости скрытых границ раздела плёнка/подложка. Однако в работе не были проведены необходимые для этого измерения, и шероховатость этой границы раздела не учтена в расчётах.

2. Исследованные в работе подложки из лейкосапфира были отожжены при различных температурах в различных средах. Однако отсутствует сравнение образцов, отожжённых при различных температурах в одной и той же среде, и наоборот.

Тем не менее, отмеченные недостатки не затрагивают основные выводы диссертации и не снижают её общую положительную оценку.

Отметим, что личный вклад автора носил определяющий характер на всех этапах работы. Так, автор участвовал в проведении экспериментов по рентгеновской рефлектометрии и рассеянию, а также провёл обработку всех экспериментальных данных, использованных в работе. Автором лично выполнены все необходимые расчёты и реализованы все изложенные алгоритмы и методы. Помимо этого, автором проведено обобщение полученных результатов и сравнение их с существующими литературными сведениями в данных областях, что позволило подтвердить достоверность выводов работы.

Материал диссертации изложен ясно и последовательно, все полученные автором результаты проиллюстрированы соответствующими графиками и таблицами. Диссертация представляет собой цельную научно-

исследовательскую работу по актуальной тематике и обладает существенной практической значимостью. Материалы диссертации опубликованы в 7 статьях в научных журналах, входящих в список реферируемых ВАК, а также апробированы на 10 международных научных конференциях и научных школах. Автореферат правильно и в достаточном объёме отражает ключевое содержание диссертационной работы.

Диссертационная работа Волкова Ю. О. является законченным исследованием, в котором содержится решение актуальной задачи, имеющей важное значение для развития методик анализа планарных наноразмерных структур посредством рентгеновской рефлектометрии и анализа диффузного рентгеновского рассеяния. Рассматриваемая диссертационная работа полностью соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям согласно п. 8 «Положения о порядке присуждения учёных степеней», утверждённого постановлением Правительства Российской Федерации, а её автор, Волков Юрий Олегович, заслуживает присуждения учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 — «физика конденсированного состояния».

Диссертационная работа Волкова Ю.О. «Диагностика поверхностей твердотельных и комплексных жидкофазных систем методами рентгеновской рефлектометрии и диффузного рассеяния в условиях скользящего падения излучения» заслушана и обсуждена на заседании семинара кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков Национального исследовательского технологического университета «МИСиС», протокол № 10/15 от 29.10.2015 г.

Отзыв заслушан и утверждён на заседании кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков Национального исследовательского технологического университета «МИСиС», протокол № 10/15 от 29.10.2015.

Отзыв составил:

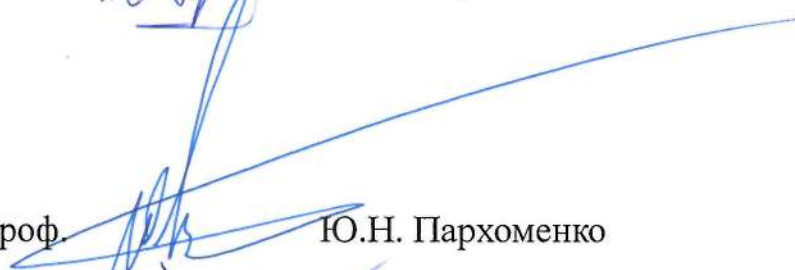
Доктор физ.-мат. наук, профессор

  
В.Т. Бублик

Кандидат физ.-мат. наук, вед. инж.

  
К.Д. Щербачев

Зав. кафедрой МПид, д.ф.-м. н., проф.

  
Ю.Н. Пархоменко

Уч. секретарь кафедры МПид, к.ф.-м. н.

  
И.С. Диденко

119049 г. Москва, Ленинский проспект, д.4, НИТУ «МИСиС», кафедра материаловедения полупроводников и диэлектриков, зав. кафедрой

телефон: 8 (495) 236-05-12

email: parkh@rambler.ru