

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.245.01 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УЧРЕЖДЕНИЯ «ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КРИСТАЛЛОГРАФИЯ И ФОТОНИКА»
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК» ПО ДИССЕРТАЦИИ
АККУРАТОВА ВАЛЕНТИНА ИВАНОВИЧА НА СОИСКАНИЕ УЧЁНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 30 ноября 2023 г., протокол № 14.

О присуждении **Аккуратову Валентину Ивановичу**, гражданину Российской Федерации, учёной степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Исследование деформационного поведения кристаллов рентгенодифракционными методами при воздействии механических нагрузок» по специальности 1.3.20. – «кристаллография, физика кристаллов» принята к защите 28.09.2023 г., протокол № 10, диссертационным советом 24.1.245.01, созданным на базе Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук» (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН), Федерального государственного бюджетного учреждения «Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»), 119333, г. Москва, Ленинский проспект, дом 59. Диссертационный совет 24.1.245.01 создан приказом Федеральной службы по надзору в сфере образования и науки № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Аккуратов Валентин Иванович, 18.10.1993 года рождения, в 2017 г. окончил кафедру физики конденсированного состояния факультета экспериментальной и теоретической физики Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по специальности «Ядерная физика и технологии» с присвоением квалификации «магистр». В 2021 г. Аккуратов В.И. окончил аспирантуру ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

В настоящее время Аккуратов В.И. работает в лаборатории рентгеновских методов анализа и синхротронного излучения Института кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Федерального государственного бюджетного учреждения «Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт») в должности младшего научного сотрудника.

Диссертационная работа выполнена в лаборатории рентгеновских методов анализа и синхротронного излучения Института кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Федерального государственного бюджетного учреждения «Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»).

Научный руководитель – **Благов Александр Евгеньевич**, доктор физико-математических наук, член-корреспондент РАН, вице-президент НИЦ «Курчатовский институт».

Официальные оппоненты:

Ильин Александр Сергеевич – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры общей физики и молекулярной электроники Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»;

Менушенков Алексей Павлович – доктор физико-математических наук, профессор, профессор отделения лазерных и плазменных технологий офиса образовательных

программ Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»;
— дали **положительные отзывы** на диссертацию.

Ведущая организация **Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Научно-технологический центр уникального приборостроения Российской академии наук (НТЦ УП РАН) (г. Москва)** в своём **положительном отзыве**, который был подписан доктором физико-математических наук, заведующим отделом акустооптических информационных систем НТЦ УП РАН Пожаром Витольдом Эдуардовичем, кандидатом физико-математических наук, заведующим лабораторией спектроскопии вещества в экстремальных условиях НТЦ УП РАН Зининым Павлом Валентиновичем и утвержденном доктором технических наук, и.о. директора НТЦ УП РАН Афанасьевым Михаилом Сергеевичем, указала, что диссертационная работа Аккуратова Валентина Ивановича посвящена развитию и применению аппаратно-методической базы для структурных исследований монокристаллов в условиях воздействия статических и динамических механических нагрузок при помощи рентгеновского излучения.

Актуальность выбранной темы обусловлена необходимостью изучения методами рентгеновской дифрактометрии поведения кристаллической структуры материалов для устройств микро- и наноэлектроники, фотоники и сенсоров, работающих под воздействием разнообразных статических и динамических механических воздействий при которых могут происходить медленные процессы разрушения. В этой связи актуальна разработка новых методов тестирования, ускоряющих процессы деградации, а также новых высокоскоростных методов наблюдения разрушения, а именно динамических методов рентгеновской дифрактометрии, поскольку такой подход является бесконтактным, прецизионным, неразрушающим и позволяющим проводить *in situ* измерения с временным разрешением.

Научная новизна работы отражена в следующих положениях.

Предложен метод одновременного использования двух элементов рентгеновской оптики в трехкристальной схеме дифракции при исследовании структурных процессов с временным разрешением в кристаллах и продемонстрирована ее эффективность. Проведено сравнение экспериментальных данных, полученных посредством разработанного метода и с помощью традиционной рентгеновской дифрактометрии в идентичных условиях, и показано, что первый позволяет строить карты обратного пространства быстрее и с большей точностью.

Развиты новые методы рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения на основе элементов рентгеновской оптики для исследования кристаллических материалов в условиях механического одноосного сжатия и вибрационной нагрузки *in situ*. Методы реализованы и протестированы. Исследовано деформационное поведение монокристалла кварца при возбуждении ультразвуковых колебаний, и эволюция деформационных изменений в условиях упругого одноосного сжатия.

Изучена динамика локальных деформаций кристаллов триглицинсульфата при одноосном сжатии до 3,5 МПа. Выявлено образование аномально в лабораторных условиях большой изгибной деформации при сжатии вдоль направления [100].

Практическая значимость заключается в создании методов и технических средств, позволяющих в лабораторных условиях проводить прецизионную диагностику кристаллических материалов при приложении статических и динамических механических нагрузок.

Достоверность представленных в работе результатов подтверждается эффективным использованием современного экспериментального оборудования и адекватного программного обеспечения, наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях и докладами на национальных и международных конференциях.

Диссертационная работа Аккуратова В.И. полностью удовлетворяет всем требованиям, установленным разделом II «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842, и предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.20. – «кристаллография, физика кристаллов», а ее автор заслуживает присуждения ему искомой степени.

По теме диссертационной работы опубликовано 6 статей в рецензируемых научных журналах. Результаты представлены в 26 докладах национальных и международных научных конференций. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Аккуратов, В.И., Благов, А.Е., Писаревский, Ю.В., Таргонский, А.В., Элиович, Я.А., Моисеева, Н.А., Ковальчук, М.В. Времяразрешающая рентгеноакустическая дифрактометрия перспективных кристаллических материалов в условиях одноосных механических нагрузок // Радиотехника и электроника. – 2021. – Т. 66. – №. 10. – С. 1011-1016.

2. Akkuratov V. I., Blagov A.E., Eliovich Ya.A., Targonskii A.V., Pisarevsky Yu.V., Protsenko A.I., Shishkov V.A. and Kovalchuk M.V. Laboratory time-resolved X-ray diffractometry for in situ studies of crystalline materials under uniaxial compression and vibration // Journal of Applied Crystallography. – 2022. – Т. 55. – №. 1. – P. 80-89.

3. Eliovich Ya.A., Akkuratov V.I., Targonskii A.V., Blagov A.E, Pisarevsky Yu.V., Petrov I.I. and Kovalchuk M.V. Rapid non-mechanical reciprocal space mapping using LiNbO₃ -based bimorph piezoactuator // Sensors and Actuators A: Physical. – 2022. – Т. 343. – С. 113674.

4. Akkuratov V.I., Kulikov A.G., Pisarevsky Yu.V., Blagov A.E., Kovalchuk M.V. In-situ X-ray diffraction studies of ferroelectric triglycine sulfate elastic deformation behavior under uniaxial compression // Journal of Applied Crystallography. – 2023. – Т. 56. – №. 1.

На диссертацию и автореферат поступило **6 положительных отзывов**.

1. Стремоухов Сергей Юрьевич – д.ф.-м.н., доцент, профессор кафедры оптики, спектроскопии и физики наносистем физического факультета Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, – **без замечаний**.

2. Поройков Антон Юрьевич – к.т.н., доцент, доцент кафедры физики им. В.А. Фабриканта Национального исследовательского университета «МЭИ», – **без замечаний**.

3. Кубасов Илья Викторович – к.ф.-м.н., старший научный сотрудник лаборатории физики оксидных сегнетоэлектриков Национального исследовательского технологического университета «МИСИС», отметил следующие замечания:

1) Мало внимания уделено вопросу калибровки изгибных АЭРО.

2) Не приведено сравнение квазистатического и резонансного режимов работы с использованием АЭРО в трехкристальной схеме. Из изложения остается неясным, какой из методов является предпочтительным для картирования обратного пространства. Изображение на рисунке 2 (в) выглядит «зауженным» по сравнению с рисунком 2 (б), хотя и описывает тот же рефлекс. Является ли такое изменение формы рефлекса свойством резонансного режима съемки или в действительности описывает свойства материала?

3) Не указано, характерно ли описанное в главе 5 аномальное раздвоение пика только для триглицинсульфата и изоморфных ему кристаллов, или является следствием несовершенства измерительной установки (пресса). Приведенное объяснение о том, что «нестандартное деформационное поведение кристаллов TGS, наблюдаемое при помощи

дифрактометрии, можно объяснить изгибной деформацией» скорее говорит о наличии некоторой несоосности установки или неоднородности механических свойств, нежели о свойстве материала.

4) Повторяющиеся значения во второй строке таблицы 1 (по-видимому, опечатка).

4. Мачихин Александр Сергеевич – д.т.н., доцент, профессор кафедры диагностических информационных технологий Национального исследовательского университета «МЭИ», отметил следующие замечания:

1) Отсутствуют сведения о методах, которые использовались для проверки результатов, полученных разработанными в диссертации методами и приборами.

2) Не приведены сведения о метрологических характеристиках разработанных средств, а именно повторяемости и погрешности приведенных в автореферате измерений.

5. Пархоменко Юрий Николаевич – д.ф.-м.н., профессор кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков Национального исследовательского технологического университета «МИСИС», отметил следующее замечание:

Отсутствие во второй главе данных о предельно возможном временном разрешении методики трехкристальной дифрактометрии с синхронным использованием двух изгибных пьезоактуаторов для сканирования обратного пространства кристаллов, а также некоторое количество опечаток при составлении списка литературных источников.

6. Кочарян Ваган Рашидович – к.ф.-м.н., директор Института прикладных проблем физики Национальной академии наук Республики Армения, – **без замечаний.**

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что оппоненты являются ведущими специалистами в области физики твердого тела и рентгеновских и синхротронных методов исследования, а в ведущей организации активно проводятся работы по исследованию структуры и свойств неорганических материалов и наноструктур, в том числе в условиях внешних воздействий.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований были проведены прецизионные структурные исследования деформационного поведения ряда практически важных кристаллов в условиях возбуждения ультразвуковых колебаний и одноосного механического сжатия с применением комплекса экспериментальных методик, в том числе оригинальных, на основе методов рентгеновской дифрактометрии и топографии. Для быстрых рентгенодифракционных измерений соискателем был **реализован** и успешно **применен** аппаратно-программный комплекс на основе трехкристального лабораторного дифрактометра, с новой, разработанной им системой на основе открытого программного обеспечения TANGO для автоматизированного управления элементами адаптивной рентгеновской оптики и контроля устройств для создания динамических и статических нагрузок в кристаллах. На основе аппаратно-программного комплекса Аккуратовым В.И. **была развита и апробирована** рентгеновская методика для картирования обратного пространства в окрестности рентгеновских рефлексов исследуемых кристаллов, позволяющая проводить измерения трехкристальной дифрактометрии с временным разрешением. При этом **разработана** оригинальная схема углового сканирования по двум осям в трехкристальной геометрии, основанная на применении двух адаптивных рентгенооптических элементов на основе изгибных бидоменных биморфных пьезоактуаторов, позволяющая полностью отказаться от механических гониометрических систем, вследствие чего не менее, чем на порядок, а также повысить точность и скорость измерений на лабораторном источнике рентгеновского излучения.

При помощи разработанных соискателем методик быстрой двухкристальной и трехкристальной дифрактометрии кристаллов в условиях ультразвуковых колебаний и одноосного механического сжатия **получены** данные о структурных изменениях в кристаллах кварца, фторида лития, парателлурита, при измерениях которых были **определены** величина и тип деформации кристалла в зависимости от величины прикладываемой нагрузки. **Обнаружен** эффект длительной релаксации внутренних напряжений в кристалле кварца после приложения одноосного сжатия. **Измерено** изменение параметра кристаллической решетки при упругих деформациях растяжения-сжатия кварцевого резонатора и определена его зависимость от амплитуды ультразвуковых колебаний. С использованием комбинации методик рентгеновской дифрактометрии и топографии с угловой разверткой **было выявлено** существование «механического» двойникования кристалла триглицинсульфата в условиях упругого квазистатического одноосного сжатия вдоль кристаллографического направления [100], предположительно обусловленное эволюцией доменной структуры кристалла в условиях деформации пьезоактивного кристаллографического направления.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что применительно к проблематике диссертации предложен и апробирован новый, более быстрый и точный метод для картирования обратного пространства кристаллов с использованием изгибных пьезоактуаторов и создана методика для обработки данных, полученных данным способом. Показано, что предложенные в работе методики времяразрешающей рентгеновской двухкристальной и трехкристальной дифрактометрии кристаллов в условиях статических и динамических механических нагрузок можно применять для быстрых и непрерывных измерений обратимых и необратимых структурных процессов как на лабораторных дифрактометрах, так и на синхротронных станциях. На примере кристаллов кварца, парателлурита, фторида лития продемонстрировано эффективное исследование динамики деформаций монокристаллов в условиях статических и динамических механических нагрузок. Показано, что комбинация рентгеновской дифрактометрии и топографии с угловой разверткой может эффективно применяться для выявления и визуализации деформаций структуры кристаллов в условиях одноосного сжатия. Выявлено существование «механического» двойникования кристалла триглицинсульфата в условиях упругого квазистатического одноосного сжатия вдоль кристаллографического направления [100].

Значение полученных соискателем результатов исследований для практики подтверждается тем, что предложенный аппаратно-методический комплекс на основе нового класса адаптивной рентгеновской оптики был использован для проведения времяразрешающих исследований обратимых и необратимых структурных процессов в кристаллических материалах в условиях механических нагрузок на лабораторном источнике рентгеновского излучения. Экспериментальные результаты работы свидетельствуют об обнаружении уникальных эффектов в ряде кристаллов в условиях ультразвуковой вибрационной нагрузки и одноосного сжатия. Предложенная методика трехкристальной рентгеновской дифрактометрии, реализованная только с применением изгибных пьезоактуаторов без использования гониометрических систем, может быть применима для исследований динамических процессов в кристаллах в условиях внешних воздействий и обладает высоким потенциалом с точки зрения ее применения на источниках синхротронного излучения, в том числе на проектируемых и планируемых к строительству в Российской Федерации.

Оценка достоверности результатов диссертационной работы выявила, что в работе было использовано современное измерительное и аналитическое оборудование, а также специализированное программное обеспечение для обработки и анализа

экспериментальных данных. Полученные в диссертационной работе результаты рентгеновской дифрактометрии и топографии хорошо согласуются между собой, а также с известными литературными и экспериментальными данными по теме диссертации.

Личный вклад соискателя состоит в получении основных результатов работы: планировании научных экспериментов, анализе литературы, разработке применяемого в работе аппаратно-методического комплекса и программного обеспечения, подготовке требований к образцам, участии в экспериментах по измерениям кристаллов с использованием двухкристалльной и трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии и топографии, анализе и обработке результатов проведенных измерений. Все материалы публикаций и докладов на научных конференциях подготовлены и представлены или автором лично, или при его непосредственном участии.

В ходе защиты диссертации не было высказано **критических замечаний** по содержанию работы. Соискатель Аккуратов В.И. ответил на все заданные ему в ходе заседания уточняющие вопросы.

Диссертация отвечает на ключевые вопросы поставленной научной проблемы и соответствует критерию внутреннего единства. Объединяющим фактором и основной идейной линией работы является проведение прецизионных структурных исследований деформационного поведения кристаллов, в том числе разработка и апробация аппаратно-методического комплекса для этих исследований. Результатом проведенных комплексных исследований являются новые, оригинальные методики для времяразрешающих рентгенодифракционных исследований кристаллов, а также наблюдаемые в режиме реального времени уникальные явления, появляющиеся в кристаллах в условиях статических и динамических механических нагрузок. Достигнутые результаты имеют большое значение, поскольку представляют интерес как с точки зрения изучения физических свойств кристаллов, так и с точки зрения перспектив применения разработанных методик для прецизионной диагностики кристаллических компонент микроэлектроники.

Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая полностью соответствует критериям, установленным Положением о порядке присуждения учёных степеней, утверждённым постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции).

На заседании 30 ноября 2023 года диссертационный совет принял решение присудить Аккуратову Валентину Ивановичу ученую степень кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.20. – «кристаллография, физика кристаллов».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 5 докторов наук по специальности 1.3.20. – «кристаллография, физика кристаллов», участвовавших в заседании, из 25 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 17, против – 0, недействительных бюллетеней – 0.

Заместитель председателя диссертационного совета,
доктор физико-математических наук,

В.М. Каневский

И.о. учёного секретаря диссертационного совета,
доктор физико-математических наук, профессор

В.Е. Асадчиков

«30» ноября 2023 г.

Ученый секретарь
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
кандидат физико-математических наук



А.Е. Крюкова