

Отзыв официального оппонента

На диссертацию Элиовича Я.А. «Времяразрешающая рентгенодифракционная диагностика перспективных кристаллических материалов», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.18 - «Кристаллография, физика кристаллов»

Диссертационная работа Элиовича Я.А. посвящена изучению процессов изменения кристаллической структуры, включая динамику дефектов, в условиях внешних воздействий с помощью разработки новых подходов для реализации адаптивной ультразвуковой перестройки экспериментальных параметров с помощью рентгеноакустических взаимодействий.

Рентгеновское излучение является одним из наиболее универсальных инструментов для решения задач современной науки. Его универсальность связана, во-первых, с возможностью проведения неразрушающей диагностики, а во-вторых, с соразмерностью длины волны и межатомного расстояния. Благодаря этим особенностям сегодня существует огромное количество экспериментальных методов, основанных на применении рентгеновского излучения, например рентгеновская дифрактометрия, рентгеноструктурный анализ или методы рентгеновской спектроскопии, а также многие другие. В настоящий момент продолжается активное развитие всех этих методов, что во много связано со смещением научного интереса от изучения статических объектов к изучению динамики процессов, происходящих в наномасштабе. Например, методы рентгеновской дифрактометрии, с одной стороны, позволяют проводить прецизионный анализ дефектной структуры различных кристаллов, однако не позволяют проводить такой анализ в режиме реального времени, т.е. не могут использоваться при изучении динамики дефектов или любых других изменений в структуре исследуемого кристалла. Это делает практически

невозможным изучение деформационных или сложных переходных процессов.

Возможность проведения исследований в режиме реального времени с хорошей пространственной чувствительностью требует разработки новых подходов к проведению экспериментов, развития используемого аппаратного обеспечения. Это могут быть новые более яркие источники, более совершенная быстрорегистрирующая аппаратура или инструменты для быстрого управления параметрами исследовательского пучка. Среди основных направлений развития методологии современных рентгеновских экспериментов стоит выделить отдельное направление, посвященное созданию элементов, позволяющих проводить быстрое и прецизионное управление параметрами рентгеновского или синхротронного пучка – адаптивной рентгеновской оптике.

Традиционно для перестройки экспериментальных параметров рентгеновских экспериментов используются сложные механические гониометрические системы, которые также могут использоваться для точного позиционирования образца. В силу сложного устройства и высокой инерционности они не могут обеспечить достаточного уровня быстрогодействия, а значит и не позволяют проводить исследования динамики процессов, происходящих в исследуемых образцах. В свою очередь, адаптивная оптика лишена всех указанных недостатков и может стать эффективным инструментом для проведения рентгеновских экспериментов с временным разрешением, позволяя к тому же проводить эксперименты с помощью различных методов и в самых разных условиях – от лабораторных дифрактометров до синхротронных станций.

Целью диссертационной работы Элиовича Я.А. было применение разработок, полученных им в этом направлении, для изучения процессов изменения кристаллической структуры ряда кристаллов в условиях внешних воздействий с временным разрешением. Актуальность проведения таких

исследований не вызывает вопросов, т.к. они могут предоставить уникальную информацию о процессах эволюции структурных изменений и получать оценки предельных диапазонов прочности перспективных кристаллических материалов, используемых в микроэлектронной промышленности.

Диссертация Элиовича Я.А. состоит из 128 страниц, включает в себя введение, пять глав, а также заключение, содержит 44 рисунка, таблицу и список литературы из 134 наименований.

В первой главе содержатся обзорные сведения по тематике работы, представлен краткий обзор ключевых методов с использованием рентгеновского излучения, указаны их возможности и недостатки при решении современных научных задач. Рассмотрены основные возможности, которые могут использоваться для быстрого управления параметрами рентгеновского пучка, а также показана актуальность разработки новых подходов к проведению экспериментов с временным разрешением. Представлен обзор работ по направлению, к которому относится диссертационная работа, а также полученные ранее результаты.

Вторая глава содержит детальное описание предлагаемой методики проведения экспериментов, а также ее ключевых элементов – адаптивных изгибных элементов рентгеновской оптики. Глава содержит подробное описание процессов создания и тестирования изгибных элементов, включая описание экспериментальных схем и алгоритмов проведения экспериментов, а также результаты изучения поведения изгибных кристаллов в зависимости от формы и частоты управляющего сигнала.

В третьей главе рассмотрены возможности предложенной методики для изучения различных кристаллов в условиях статических и динамических внешних воздействий с помощью двухкристальной рентгеновской дифрактометрии. Представлены результаты измерений кристаллов кремния (Si) в условиях статической механической нагрузки и фторида лития (LiF) в

условиях динамической ультразвуковой нагрузки, полученные с помощью традиционного гониометрического сканирования и предлагаемой методики. На примере изучения кристалла фторида лития показано, что применение для регистрации кривых дифракционного отражения (КДО) изгибных кристаллов обеспечивает на несколько порядков более высокое временное разрешение и позволяет получать уникальную информацию о процессах структурных изменений и динамике дефектов в кристаллах.

Четвертая глава содержит результаты изучения возможности перестройки области многоволнового взаимодействия с помощью рентгеноакустической модуляции на примере пары рефлексов 220 и 371 в кристалле парателлурита (TeO_2). С помощью системы стробоскопической регистрации, позволяющей выделять определенную фазу колебаний кристалла, показано, что ультразвуковая модуляция позволяет осуществлять контролируемую перестройку многоволновой области.

В пятой главе предложена методика проведения экспериментов с помощью изгибных адаптивных элементов в трехкристальной схеме рентгеновской дифракции. Приведены результаты тестирования методики на примере изучения кристалла кремния (Si), подвергнутого одноосной механической нагрузке, аналогично описанной в третьей главе. Для каждого из значений механической нагрузки карты обратного пространства (КОП) регистрировались как с помощью гониометрического сканирования, так и с помощью адаптивного элемента. По результатам обработки полученных данных показано полное соответствие получаемых данных, а также многократное (несколько порядков) превосходство по временному разрешению и точности у предложенной в рамках диссертационной работы методики.

В диссертационной работе Элиовича Я.А. предложен новый подход к проведению экспериментов с помощью методов двухкристальной и трехкристальной рентгеновской дифрактометрии. В работе представлены

результаты измерений с временным разрешением вплоть до 100 микросекунд с возможностью увеличить временное разрешение вплоть до единиц микросекунд. Показано, что с помощью предложенной методики можно в режиме реального времени наблюдать за процессами структурных изменений, происходящих с кристаллической решеткой в условиях внешних воздействий. В связи с этим, актуальность и научная новизна диссертационной работы Элиовича Я.А. не вызывает сомнений.

Хотелось бы отметить, что в работе представлено детальное описание процессов тестирования ключевых элементов предлагаемой методики – изгибных кристаллов, изготовленных из бидоменных кристаллов ниобата лития (LiNbO_3), метод синтеза которых был предложен в МИСиС. Приведены подробные оценки возможных диапазонов перестройки, показано отсутствие гистерезиса угловой перестройки от напряжения управляющего сигнала, что является ключевым преимуществом по отношению к пьезокерамике и позволяет однозначно и с высокой точностью контролировать угловое положение такого элемента. Также изучено поведение таких элементов в зависимости от частоты управляющего сигнала, определены три основных режима их функционирования, каждый из которых может использоваться для решения своего круга экспериментальных задач.

В работе представлена информация о проведенной модернизации экспериментального оборудования, включая разработку новых модульных держателей адаптивных элементов. Их ключевым достоинством является возможность легкой адаптации под практически любую экспериментальную конфигурацию, на что указывают, в том числе, результаты тестирования, проведенного как на лабораторном дифрактометре ТРС, так и на синхротронной станции РКФМ Курчатовского синхротрона.

Удачно проведена и апробация методики для изучения процессов структурных изменений в кристаллах в условиях внешних воздействий. С одной стороны, представлены результаты исследования совершенного

кристалла кремния (Si), подверженного одноосной механической нагрузке, а с другой – результаты исследования кристалла фторида лития (LiF) с ярко выраженной дефектной структурой, изменение которой в условиях динамической ультразвуковой нагрузки принципиально невозможно отследить с помощью традиционного гониометрического сканирования.

Уникальные возможности открывает предложенная методика и для проведения экспериментов в более сложной трехкристальной схеме рентгеновской дифракции. Во-первых, из анализа полученных карт обратного пространства можно однозначно определять природу возникающих структурных изменений, а во-вторых, адаптивные элементы позволяют добиться принципиально иного уровня точности и быстродействия в регистрации экспериментальных данных. Так, в данной работе регистрация одной карты обратного пространства занимала всего пару минут, тогда как измерение такой же карты с существенно меньшей точностью с помощью гониометрической системы занимало не менее одного часа. Разработка дополнительных алгоритмов и оптимизаций может помочь еще увеличить временное разрешение и добиться быстродействия, недоступного не только гониометрическим системам, но возможно и современным двумерным детекторам.

Таким образом, методика получения и обработки экспериментальных данных с помощью многоканального анализатора, используемая и предложенная в настоящей работе, позволяет добиться многократного преимущества по точности получаемых данных во всех проведенных экспериментах. Например, в результатах, представленных в 5 главе диссертационной работы, результаты измерений с помощью адаптивного элемента являются в 30 раз более точными относительно традиционного подхода. Это делает предложенную методику уникальным инструментом, который может использоваться для регистрации сверхузких пиков КДО исследуемых кристаллов, когда возможности механических

гонометрических систем лимитируется уже совершенно с другой стороны – с точки зрения минимального шага, определяемого лишь техническими особенностями каждого гониометра, однако редко достигающего значений хотя бы в десятые доли угловой секунды.

Замечания:

1. В третьей главе настоящей работы представлены результаты измерения кристаллов фторида лития в режиме «реального времени», однако не проведен детальный анализ наблюдаемых процессов изменения кристаллической структуры. Продолжение изучения этого процесса видится крайне актуальной научной задачей, особенно с учетом возможностей предложенной в рамках данной работы методики.
2. При изучении полученных в работе результатов складывается впечатление о недостаточном применении математического аппарата, или же специфика обработки полученных результатов не подразумевает их подробного описания в силу широкой распространенности;
3. В работе также содержится некоторое количество опечаток и стилистических ошибок, например на странице 12 некорректно указано количество страниц и число ссылок в списке литературы, а на некоторых рисунках (например, на рис.25 и 29) подписи к осям слишком маленькие и затрудняют простоту восприятия. Также в работе содержится некоторое число опечаток и незначительных ошибок, например на с.28 и 37, а также на с.109 и 116.

Указанные недостатки не являются существенными и не могут снизить общую положительную оценку диссертационной работы Я.А. Элиовича. В работе представлен объемный и интересный литературный обзор, в котором содержится большое количество ссылок по теме работы, а сама диссертация написана хорошим и приятным к прочтению языком.

Апробация результатов работы не вызывает вопросов, т.к. материалы диссертации были представлены в более чем 30 тезисах и докладах на российских и международных конференциях, а также были опубликованы в 15 печатных работах, в том числе 5 статей в рецензируемых научных изданиях из списка ВАК, а также один патент на изобретение.

Диссертация Элиовича Я.А. представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, соответствующую всем критериям и требованиям раздела II Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842, а ее автор, Элиович Ян Александрович, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.18 – кристаллография, физика кристаллов.

Профессор кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
Почтовый адрес: 119991, Ленинский пр-т, 4, Москва, Россия
Телефон: +7(916)789-02-54 (моб.); +7(495)638-44-48 (раб.)
E-mail: bublik_vt@rambler.ru

Доктор физико-математических наук, профессор

Бублик Владимир Тимофеевич

Дата

25 июня 2020 г.

ПОДПИСЬ Бублик В.Т. ЗАВЕРЯЮ
Проректор по безопасности
и общим вопросам
НИТУ «МИСиС»

