

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу

Куликова Антона Геннадьевича

«Образование приповерхностных структур в кристаллах парателлурита и тетрабората лития при миграции носителей заряда во внешнем электрическом поле»,

представленную к защите на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности

01.04.18 – «Кристаллография, физика кристаллов».

Диссертационная работа Куликова А. Г. посвящена изучению процесса образования приповерхностных структур в кристаллах парателлурита и тетрабората лития при миграции носителей заряда во внешнем электрическом поле.

Функциональные материалы на основе интерфейсов и тонких пленок являются основой современной микроэлектроники, поэтому разработка и совершенствование методов их исследования является важнейшей составляющей развития современных прикладных направлений, включающих в себя вычислительную технику и энергетику. Среди множества различных методов диагностики структуры и свойств материалов, использование рентгеновского и синхротронного излучения остается наиболее конкурентным.

Значительное внимание уделяется развитию исследования динамических изменений структуры органических и неорганических объектов при помощи времяразрешающих рентгеновских методов базе современных источников синхротронного излучения (СИ) и рентгеновских лазеров на свободных электронах. Подобные установки обеспечивают рекордное фемтосекундное временное разрешение в pump-probe

экспериментах и возможность работы с наномасштабными объектами. Такой подход, однако, имеет ряд ограничений. Кроме того, во многих случаях использование источника СИ нецелесообразно и недоступно. В связи с этим развитие времяразрешающих методов рентгеновской дифрактометрии на лабораторном оборудовании позволяет проводить неразрушающие исследования динамики процессов, индуцированных внешними воздействиями, для широкого круга объектов.

Учитывая сказанное выше можно утверждать, что диссертационное исследование Куликова А. Г., основанное на развитии и использовании рентгенодифракционных методик, является весьма **актуальным** с очевидной практической значимостью.

Диссертационная работа Куликова А. Г. объемом 205 страниц состоит из введения, четырех глав, заключения, выводов и списка цитируемой литературы из 226 наименований. Приведено большое количество информативных иллюстраций.

Во **введении** содержится обоснование актуальности диссертации, излагаются цели и задачи, отмечена новизна и практическая значимость работы.

Первая глава посвящена обзору литературы по теме исследования. Первая её часть охватывает комплекс методов изучения структурных изменений в кристаллах, наиболее подробно анализируются синхротронные и рентгеновские методы анализа. Во второй части рассматривается возможность изменения структурной организации кристаллов в условиях внешнего электрического воздействия. Особый акцент сделан на исследовании кристаллов титаната стронция, в котором наблюдается фазовый переход в нецентросимметричную полярную фазу за счет миграции кислородных вакансий.

Вторая глава посвящена разработке и тестированию методик *in-situ* исследования влияния внешнего электрического поля на кристаллы методами высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. Разработан аппаратно-методический комплекс времяразрешающей рентгеновской дифрактометрии для наблюдения динамики кристаллической решетки с высоким временным разрешением до 100 нс.

В третьей главе представлены результаты уникальных исследований процесса образования и характеристик тонких заряженных слоев в монокристаллах парателлуриата с использованием *in-situ* метода рентгеновской дифрактометрии и электрофизических измерений. Исследования динамики и анизотропии процесса проведены по вариации параметров кривых дифракционного отражения в процессе установления равновесного состояния при подаче электрического поля для трех различных кристаллических срезов и на различных порядках дифракционного отражения. Важнейшей частью данной главы является сопоставление экспериментальных уширенных дифракционных пиков с результатами моделирования. Моделирование позволило определить толщину слоя механических деформаций, которая хорошо соответствует распределению носителей заряда по глубине, рассчитанному из электрофизических характеристик.

В четвертой главе рассматриваются результаты исследования влияния электрического поля на диэлектрические кристаллы тетрабората лития. Глава состоит из двух частей, которые можно условно разделить по типу воздействия электрическим полем (постоянное и импульсное).

Диссертация написана ясным научным языком. Диссертант свободно владеет использованным в тексте математическим аппаратом, демонстрирует аналитические способности в представлении и обсуждении многочисленных полученных результатов.

Среди наиболее **важных результатов**, представленных в диссертации, считаю необходимым выделить следующие:

1. Диссертантом предложен комплекс методик на основе двух- и трехкристальной рентгеновской дифрактометрии для *in-situ* исследования структуры и свойств монокристаллов, подвергающихся внешним воздействиям. Данные методики позволяют с высоким субмикронным пространственным разрешением получать информацию о механизмах перестройки дефектной структуры и фазовых переходах в кристаллах, например, вызванных переносом заряда. Характерное время подобных процессов соответствует максвелловскому времени релаксации, необходимому для перераспределения носителей заряда. В связи с этим, особую роль играет разработанный подход изучения быстропротекающих процессов с относительно высоким временным разрешением (до 100 нс). С помощью предложенных методик проведено комплексное изучение процессов формирования в монокристаллах TeO_2 и $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ тонких приповерхностных заряженных слоев с повышенной концентрацией ионов и вакансий вследствие их миграции во внешнем электрическом поле.

2. Проведено изучение динамики и анизотропии структурных изменений в приповерхностных слоях пьезоэлектрического кристалла парателлурита под воздействием постоянного внешнего электрического поля. Большой интерес представляет раздел, посвященный моделированию с использованием многослойной модели кристалла, разработанной В. Г. Коном, что позволило впервые оценить профиль распределения деформаций у поверхности кристалла, который находится в хорошем соответствии с глубиной локализации носителей заряда.

3. При помощи рентгенодифракционных методов обнаружен и исследован процесс перестройки дефектной структуры в приповерхностных слоях полярного кристалла тетрабората лития за счет внешнего

электрического поля. Данный эффект имеет пороговое значение и сильно зависит от напряженности поля, что объясняется двумя типами носителей заряда. Измерение интенсивности дифракционных пиков кратных рефлексов позволило получить информацию о структуре сформированных электрическим полем заряженных приповерхностных слоев по глубине. При длительном воздействии электрическим полем эффект является квази необратимым с длительным временем релаксации (порядка нескольких месяцев).

Достоверность представленных в работе результатов не вызывает сомнений, так как все экспериментальные данные получены с использованием высокоточного оборудования и методик, современного программного обеспечения и алгоритмов расчета. Несомненным достоинством работы является применение традиционных электрофизических методов для сопоставления с данными рентгеновской дифрактометрии.

Основные результаты диссертационной работы представлены в 16 публикациях, из которых 6 - это статьи в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в международных базах данных WoS и Scopus. Результаты также прошли успешную апробацию на 35 национальных и международных конференций в качестве устных и стендовых докладов.

Практическая значимость состоит в разработке методики бесконтактной оценки распределения приповерхностных деформаций, вызванных изменением организации дефектов, которая может быть использована для неразрушающей диагностики полупроводниковых и диэлектрических кристаллических материалов. Создание и управление параметрами перестраиваемых внешним воздействием структур в монокристаллах перспективно для микроэлектроники и энергетики.

Автореферат изложен в кратком реферативном стиле и достаточно полно отражает основное содержание диссертации.

Вместе с тем, работа не лишена **недостатков**, которые больше связаны не с сутью проведенных диссертантом исследований, а с формой представления материала:

1. Главным недостатком диссертации, на мой взгляд, является излишне большой объем текста, составляющий 205 страниц, который вполне можно было сократить без какого-либо ущерба для изложения основных результатов, например за счет литературного обзора. В частности, постановка задачи исследований не требовала подробного описания в литературном обзоре хорошо известных методов, таких, как электронная микроскопия, или комбинационное рассеяние света, играющих в проведенных исследованиях вспомогательную роль, и было достаточно привести ссылки на некоторые из многочисленных обзоров.

2. При обсуждении метода комбинационного рассеяния (рамановской спектроскопии) (раздел 1.1.1) автор, излагая историю открытия, не счел нужным упомянуть о вкладе ученых МГУ Г.С. Ландсберга и Л.И. Мандельштама и о причинах, по которым в русскоязычной научной литературе это явление называют эффектом комбинационного рассеяния света. Здесь следовало либо вообще не касаться истории открытия, либо дать объективную информацию и, по крайней мере, сослаться на источники, посвященные этому вопросу, например на известную статью В.Л. Гинзбурга и И.Л. Фабелинского.

3. Вызывает некоторые сомнения правомерность предложенного автором подхода к анализу кривых дифракционного отражения (КДО) при воздействии электрического поля на кристаллы парателлурита, представленных на рисунках 3.8-3.10. При столь сильном отклонении формы кривых от функции Гаусса понятие ширины кривой становится

неадекватным, поэтому не совсем понятно, каким образом осуществлялась обработка экспериментальных кривых с таким профилем, ввиду того, что их корректная аппроксимация с помощью аналитических функций не представляется возможной. Как определялись значения приведенных на рисунках ширин и положений максимумов?

4. При обсуждении *ab-initio* расчетов фазового перехода в парателлурите (раздел. 3.6.5., стр. 140) автор не считает нужным прояснить методику расчетов и дать ссылку на используемые программы расчетов, а приводит лишь конечный результат, указывающий на достаточно большую величину относительной внешней деформации $\sim 5\%$, необходимой для осуществления фазового перехода. Остается не очень понятным, в чем принципиальная новизна и необходимость применения этих расчетов для исследования процессов влияния электрического поля, если было заранее известно об экспериментальном наблюдении фазового перехода в парателлурите при давлениях около 9 кбар?

5. При написании собственных имен автор в ряде случаев делает ошибку, характерную для молодых исследователей, и, вопреки правилам русского языка, в отличие от английского, пишет с заглавной буквы слова, являющиеся производными от имен собственных: Гауссиан, Лоренциан (стр. 105), Дарвиновский столик (стр. 29), а также Псевдо-Войт (стр. 105) и др.

6. В тексте присутствует относительно небольшое число опечаток, но в качестве одной из курьезных не могу не процитировать завершающую фразу выводов к **Главе 2** на стр. 110: «Результаты **главы 4** апробированы в работах [A1-A4]».

Все вышеперечисленные замечания носят в основном рекомендательный характер, ни в коем случае не снижают ценность выполненных диссертантом работ и не влияют на общую высокую положительную оценку рецензируемой диссертации.

На основании всего вышеизложенного считаю, что диссертация Куликова А. Г. 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, Куликов Антон Геннадьевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.18 – «Кристаллография, физика кристаллов».

Официальный оппонент

МЕНУШЕНКОВ АЛЕКСЕЙ ПАВЛОВИЧ

«30» июня 2020 г.


доктор физико-математических наук, профессор,
профессор кафедры физики твёрдого тела и наносистем Института лазерных
и плазменных технологий Федерального государственного автономного
образовательного учреждения высшего образования «Национальный
исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Почтовый адрес: 115409, Каширское шоссе, д.31, г. Москва, Россия

Телефон: +7(495)788-56-99, доб. 9020

E-mail: arpmenushenkov@mephi.ru



Подпись удостоверяю
Заместитель начальника отдела
документационно-обеспечения
НИЯУ МИФИ

А.А. Абатурова