

## ОТЗЫВ

официального оппонента Менушенкова Алексея Павловича  
на диссертационную работу Аккуратова Валентина Ивановича

«Исследование деформационного поведения кристаллов рентгенодифракционными методами при воздействии механических нагрузок», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.20. «Кристаллография, физика кристаллов».

### **Актуальность диссертационной работы**

Диссертация Аккуратова В.И. посвящена разработке новых подходов к проведению быстрых рентгенодифракционных структурных исследований с использованием нового класса рентгеновской адаптивной оптики для изучения деформационного поведения кристаллов при воздействии статических и динамических механических нагрузок при помощи предложенных методик.

В последнее время развитие методов исследования структурных динамических процессов в органических и неорганических материалах в условиях внешних воздействий при помощи рентгеновского и синхротронного излучения выделилось в отдельное научное направление. Прежде всего, это связано с созданием мощных источников рентгеновского излучения, таких как рентгеновские лазеры на свободных электронах и источники синхротронного излучения четвертого поколения, к которым относятся создаваемые в России установки СКИФ и СИЛА. Одновременно активно совершенствуется приборная база для быстрой регистрации рентгеновского излучения, включая создание полупроводниковых двумерных детекторов с частотой записи данных, достигающей тысячи Гц.

Другое направление реализации измерений с временным разрешением связано с использованием возможностей рентгеновской оптики и систем ее позиционирования. Ключевыми преимуществами данного направления являются возможность быстрых и непрерывных измерений с управлением угловым и пространственным положением элементов рентгенооптической схемы, а также регистрация как периодически повторяемых, так и необратимых структурных процессов. Как правило, для перестройки параметров рентгеновских экспериментов используются механические гониометрические системы. Однако, механические системы в силу сложного устройства и высокой инерционности плохо приспособлены для быстрых и повторяемых измерений. В отличие от механических систем, новый класс адаптивной рентгеновской оптики, с конструкцией на основе бидоменных изгибных пьезоактуаторов, лишен данных недостатков и может использоваться в качестве эффективного инструмента для реализации измерений с временным разрешением как в лабораторных условиях, так и на синхротронных источниках.

**Актуальность** диссертационной работы Аккуратова В.И., не вызывает сомнений, поскольку в ней предложены новые методики быстрой рентгеновской дифрактометрии без использования гониометрических механических систем для прецизионных структурных исследований деформационного поведения кристаллов в условиях одноосного механического сжатия и ультразвуковой вибрационной нагрузки. Такие исследования, к примеру, могут обеспечить информацию о динамике структурных изменений и дефектов в кристаллах, важную для прогнозирования надежности работы кристаллических компонентов микроэлектроники в условиях экстремальных нагрузок,

### **Структура и основное содержание диссертации**

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, выводов и списка литературных источников. Объем представленной диссертационной работы составляет 140 страниц, включая 51 рисунок, 5 таблиц и список литературы из 149 наименований.

Во введении обоснована актуальность исследования деформационного поведения кристаллов с использованием рентгенодифракционных методов, сформулированы цели и задачи работы, отмечена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, представлены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен общий обзор темы исследования, который включает в себя несколько подразделов. Первый подраздел посвящен описанию механических свойств кристаллов и методов их исследования, во втором описываются методы рентгеновской дифрактометрии и топографии для структурной диагностики монокристаллов, в том числе в условиях внешних воздействий. В третьем подразделе описывается конструкция и принципы работы адаптивных элементов оптики на основе бидоменных биморфных изгибных пьезоактуаторов для рентгеновских исследований с временным разрешением.

Во второй главе описана разработка приборно-методической базы для рентгеновской дифрактометрии с временным разрешением. Представлены результаты тестирования нового метода картирования обратного пространства кристаллов с использованием двух адаптивных рентгенооптических элементов на основе изгибных пьезоактуаторов. На примере измерения карты обратного пространства в окрестности рефлекса 220 кристалла кремния было показано, что методика с использованием двух адаптивных элементов рентгеновской оптики позволяет проводить измерения на порядок быстрее, чем при использовании гониометрических систем в случае использования лабораторного источника рентгеновского излучения.

В третьей главе представлены результаты структурных исследований кристаллов при помощи быстрой рентгеновской дифрактометрии в условиях ультразвуковых колебаний. Приведено описание системы для возбуждения продольных ультразвуковых колебаний.

Описано исследование динамики кристалла фторида лития в двухкристальной рентгенооптической схеме в условиях ультразвуковой вибрационной нагрузки в направлении [010] на рефлексе 020. При помощи времяразрешающей дифрактометрии были выявлены фазы деформации кристалла и определена зависимость относительного изменения межплоскостного расстояния при включении, воздействии и выключении ультразвуковой нагрузки.

При помощи разработанной методики быстрой трехкристальной дифрактометрии были измерены упругие деформации растяжения-сжатия кристалла кварца в условиях ультразвуковых колебаний и установлено изменение параметра решетки от величины прикладываемой нагрузки.

В четвертой главе описаны результаты апробации метода быстрой двух- и трёхкристальной рентгеновской дифрактометрии в условиях одноосного механического сжатия на кристаллах кварца, парателлурита и фторида лития. Описана система для одноосного сжатия монокристаллов с контролем прикладываемой к образцу нагрузки в режиме реального времени. В случае кварца, был обнаружен эффект долговременной релаксации полей напряжений, зарегистрированный по восстановлению формы и ширины на полувысоте кривых дифракционного отражения в течение 24 часов после приложения нагрузки.

В пятой главе с помощью комбинации двухкристальной дифрактометрии и топографии исследована динамика локальных деформаций монокристалла триглицинсульфата в условиях упругого механического одноосного сжатия до 3,5 МПа вдоль кристаллографических направлений [100] и [010]. При помощи рентгеновской топографии с угловой разверткой выявлено образование аномальной изгибной деформации кристалла триглицинсульфата при сжатии вдоль направления [100].

#### **Обоснованность и достоверность полученных результатов**

Достоверность и надежность представленных в работе результатов подтверждается использованием современного экспериментального оборудования и современного программного обеспечения, сравнением с результатами других научных коллективов, а также наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях и докладов на различных национальных и международных конференциях. Научные результаты работы были представлены в 6 статьях в рецензируемых научных изданиях и 26 профильных конференциях в России и за рубежом.

#### **Научная новизна и практическая значимость работы**

**Впервые** при помощи адаптивной рентгеновской оптики разработан и реализован комплексный подход для изучения динамики процессов, вызванных воздействием механических нагрузок, который применим и на лабораторных, и на синхротронных источниках рентгеновского излучения.

Реализована методика быстрой трехкристальной дифрактометрии на основе бидоменных биморфных изгибных пьезоактуаторов, полностью исключая использование механических гониометрических систем для позиционирования элементов дифракционной схемы. Автором диссертации написано программное обеспечение и разработана приборная база, включающая в себя элементы адаптивной рентгеновской оптики с держателями и систему сбора дифракционных данных на основе многоканального анализатора, которая легко может быть интегрирована в лабораторные дифрактометры и синхротронные станции без серьезных изменений их конструкции.

Автором были предложены и апробированы методики быстрой двухкристальной и трехкристальной рентгеновской дифрактометрии в условиях механических нагрузок. С помощью этих методик были выявлены фазы, тип и зависимости деформации структуры от силы ультразвуковой или одноосной механической нагрузки в режиме реального времени, что было продемонстрировано на практически важных кристаллах кварца, фторида лития и парателлурита.

При помощи комбинации двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и топографии с угловой разверткой была исследована двумерная динамика локального деформационного поведения кристаллов триглицинсульфата в условиях квазистатического одноосного сжатия в кристаллографических направлениях [100] и [010]. Был обнаружен случай аномального механического двойникования кристалла триглицинсульфата.

Все результаты, представленные в диссертационной работе, получены лично автором, или при непосредственном участии автора. Проведенные автором исследования выполнены в рамках актуальной тематики и обладают существенной **практической значимостью**. **Автореферат** достаточно полно отражает основное содержание диссертации.

Вместе с тем, диссертационная работа не лишена **недостатков**.

1. В работе не уделено достаточного внимания обоснованию выбора тех, или иных кристаллических материалов используемых для демонстрации преимуществ адаптивной рентгеновской оптики при реализации экспериментов с временным разрешением и различными видами механической нагрузки. Непонятно, например, почему, при исследованиях в условиях ультразвуковой вибрационной нагрузки реализованную апробацию методики двухкристальной дифрактометрии с составным резонатором из кристалла фторида лития и кварца нельзя было применить для методики трехкристальной дифрактометрии и провести сравнение их эффективности? - Неясно; почему кристаллы кварца и парателлурита были использованы для исследования эволюции деформационных изменений в условиях квазистатического одноосного сжатия в двухкристальной схеме, но не были использованы в трехкристальной схеме? Не

обсуждается вопрос к исследованиям какого круга материалов может быть применена та, или иная из разработанных в диссертации методик.

2. Вызывает критику формулировка выводов и основных результатов работы. Так в пунктах 3-5 приведено простое перечисление процессов изучения деформаций при различных типах нагрузок кристаллов, но отсутствует формулировка конечных результатов, к которым эти процессы привели. Исключением можно считать лишь последнюю фразу пункта 5 «выявлено образование аномальной изгибной деформации при сжатии вдоль направления [100] при измерении рефлекса 400», но и здесь отсутствует вывод о механизме и значении этой выявленной аномалии. В целом представленная формулировка результатов не отражает их новизну, оригинальность и практическую значимость.

3. В тексте упоминается о возможном применении разработанных методик не только в лабораторных условиях, но и на синхротронном излучении (стр. 7, 44), в том числе на создаваемых в России синхротронах СКИФ и СИЛА. Однако, для реализации такой перспективы в диссертации не хватает реальных расчетов и оценок предельно достижимого временного разрешения в случае картирования обратного пространства с использованием новой методики трехкристальной рентгеновской дифрактометрии, основанной на применении двух адаптивных элементов рентгеновской оптики.

4. Есть претензии к графическому оформлению результатов экспериментов. Так, анализ рисунка 34 (стр. 83) с серией КДО при разной нагрузке в процессе ее увеличения и разгрузки, выполненный в черно-белом изображении, создает трудности для читателя при расшифровке приведенных зависимостей. В то же время, аналогичный рисунок 38 (стр. 89), выполненный в цвете, дает ясную картину динамики наблюдаемых деформаций. В ряде случаев (рисунки №№ 27, 45, 51) на представленных экспериментальных кривых отсутствует указание на экспериментальные ошибки.

5. В тексте диссертации присутствует некоторое количество стилистических, грамматических и пунктуационных ошибок (стр. 23, 30, 33 и др.), жаргонных выражений (стр. 49, 60 и др.); в ряде случаев используются выражения на английском языке без соответствующего перевода (стр. 36, 46, 107 и др.) и нерасшифрованные аббревиатуры (стр. 52 и др.); кроме того, автор часто называет разделы главами (стр. 33, 46, 53 и др.). В списке литературных источников также встречаются опечатки: некоторые ссылки в русскоязычных журналах указаны на английском языке (№66, 142, 143), химические формулы в названиях статей написаны без использования подстрочного шрифта (например, №61, 64).

Указанные недостатки не снижают общей положительной оценки диссертации, ее научной и практической значимости. Диссертационная работа Аккуратова В.И. написана простым и понятным языком, материал изложен четко и последовательно, таблицы и графики хорошо иллюстрируют представленные результаты. В диссертацию включены

материалы, опубликованные в 6 печатных работах в рецензируемых научных изданиях из списка ВАК. Апробация результатов работы была проведена в 26 докладах на российских и международных конференциях, а также при выполнении ряда проектов РФФИ.

### Общее заключение

Диссертация Аккуратова В.И. представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, соответствующую всем критериям и требованиям, установленным разделом II «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842, предъявляемым к диссертации на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук, а ее автор, Аккуратов Валентин Иванович, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.20. «Кристаллография, физика кристаллов».

Официальный оппонент,  
Менушенков Алексей Павлович

«08» ноября 2023 г.

доктор физико-математических наук (специальность 01.04.07 физика конденсированного состояния), профессор отделения лазерных и плазменных технологий офиса образовательных программ НИЯУ МИФИ.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»  
Почтовый адрес: 115409, г. Москва, Каширское ш., 31., Россия  
Электронная почта: armenushenkov@mephi.ru  
Телефон: +7(495)788-56-99, доб. 9020

Согласен на обработку персональных данных.



Подпись удостоверяю  
Заместитель начальника отдела  
документационного обеспечения  
НИЯУ МИФИ

*В. М. Саморозов*