

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Калинина Арсения Сергеевича  
«Методы атомно-силовой микроскопии для неразрушающего  
анализа электромеханических свойств наноструктур»,

представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук  
по специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

**Актуальность темы диссертации.** Существенный недостаток Атомно-силовой микроскопии (АСМ) в статическом контактном режиме – это практически неизбежная инвазивность измерений: мягкие объекты разрушаются зондом, а твердые разрушают зонд. С другой стороны, в количественных АСМ исследованиях таких свойств наноструктур, как: проводимость, емкость, пьезоотклик, жесткость, – как правило требуется привести зонд АСМ в контакт с образцом. В итоге, необходимость невозможного исследования объекта и возможность измерения выбранного свойства только с помощью контактного АСМ режима могут создать для экспериментатора неразрешимую ситуацию. Определенный выход из нее открывается при использовании квазистатических режимов АСМ. Эти режимы работы АСМ в удобном для исследователя исполнении появились не так давно в микроскопах ведущих производителей, например: PeakForce QNM компании Bruker, HybriD mode, HT-МДТ СИ; Quantitative Imaging (QI), JPK Instruments; Digital Pulsed Force Mode, WITec. Независимо от компании производителя все режимы объединены тем, что позволяют быстрые, на частоте порядка килogerца, поточечные измерения массивов силовых (индентационные, нагрузочно-разгрузочные) кривых взаимодействия зонда АСМ с образцом. Разниться они могут способами анализа данных, специальными особенностями процесса измерения силовой кривой и дополнительными сигналами. Все это создает плодотворную среду для постановки и решения важных методических задач. В таком свете удачно смотрится представленная к защите работа Калинина Арсения Сергеевича «Методы атомно-силовой микроскопии для неразрушающего анализа электромеханических свойств наноструктур». Она нацелена на разработку нового, не разрушающего АСМ метода для изучения пьезоотклика, его зависимости от температуры, и одновременных количественных измерений электростатических и механических свойств нанообъектов и представляется достаточно актуальной.

**Научная новизна работы** состоит в достижении следующих результатов.

1. Разработан метод прыжковой силовой микроскопии пьезоотклика, позволяющий проводить неразрушающее картирование пьезокоэффициентов, компонент вектора поляризации на поверхности мягких, хрупких или плохо закрепленных образцов одновременно с детектированием перепадов рельефа, а также диэлектрических, механических свойств.

С помощью разработанного метода:

2. Выполнены неразрушающие исследования пьезоэлектрических и механических свойств пептидных нанотрубок дифенилаланина.

3. Продемонстрирован прямой контроль температурных зависимостей электромеханических свойств на кристаллической поверхности триглицинсульфата непосредственно в области фазового перехода, в окрестности температуры Кюри.

**Практическая значимость** работы заключается с моей точки зрения, главным образом, в том, что метод реализован в аппаратном и программном обеспечении серийно выпускаемых атомно-силовых микроскопов компании НТ-МДТ СИ.

**Оценка содержания.** Диссертация содержит 6-страничное введение, 41-страничный лит. обзор, две 20-страничные главы с оригинальными результатами, заключение и благодарности, список из 108 источников, список публикаций автора.

**В первой главе,** литературном обзоре состояния дел, рассмотрены три основных режима работа АСМ: контактный (статический), резонансный (динамический), прыжковый (квазистатический), - и особенности их применения в измерениях электромеханических свойств образцов. Сделано обзрение текущего состояния по АСМ методам, в частности, по силовой микроскопии пьезоотклика (СМП), рассмотрены основные теоретические модели контактной механики которые используются для анализа данных прыжковой силовой спектроскопии, а также некоторые интересные применения прыжкового режима. В выводах к главе обосновывается актуальность выбранной темы.

**Вторая глава** посвящена разработке метода СМП в прыжковом режиме АСМ. Подробно рассмотрен пошаговый алгоритм метода. В главе анализируются шумовые характеристики метода. Сравниваются теоретические чувствительности двух контактных методик измерения пьезоотклика, отличающихся возбуждением и измерением сигнала на частоте контактного резонанса (резонансная) и существенно ниже этого резонанса (квазистатическая). В первом случае ожидается улучшение чувствительности пропорциональное добротности резонанса. Автор, однако, показывает, что такой выигрыш возможен только тогда, когда шумы измерительного тракта выше тепловых шумов кантилевера. Это один из интересных результатов диссертации. Он важен для реализации прыжковой СМП, так как обосновывает выбранное автором квазистатическое возбуждение пьезоотклика (на частоте существенно ниже контактного резонанса). Глава завершается примерами тестовых измерений искусственно созданных доменов поляризации на полярной поверхности  $\text{LiNbO}_3$  с помощью разработанного метода прыжковой СМП. Результаты прыжковой СМП сопоставляются с квазистатическими измерениями пьезоотклика в контактном режиме и не проигрывают им.

**В третьей главе** идут результаты применений разработанного метода прыжковой СМП. Продемонстрировано неразрушающее исследование пьезоотклика и количественных механических свойств пептидных нанотрубок дифенилаланина. Представлены данные прямых измерений электромеханических свойств кристалла триглицинсульфата в условиях быстрых изменений температуры образца, на переходе через точку Кюри. Показано, что такие измерения реализуются благодаря эффективной компенсации температурных изгибов кантилевера, которая опеспечивается в прыжковой СМП.

**В заключении** сформулированы основные результаты работы, которые являются новыми, имеют научную и, без сомнений, практическую ценность.

### **Соответствие автореферата основным идеям и выводам диссертации.**

Автореферат правильно отражает содержание диссертации, ее основные результаты. Выводы, представленные в автореферате и диссертации не противоречат друг другу.

### **Вопросы.**

1. Из пункта 2.2.1, формулы (39) и рис.33 во второй главе следует, что если тепловых шумов на фоне системных «не видно», то резонансное возбуждение помогает в Q-раз (Q- добротность резонанса). Когда шумы системы регистрации малы, то лучше работать ниже резонанса. Такое квазистатическое возбуждение надежнее резонансного (положение контактного резонанса нестабильно, т.к. зависит от силы прижима и локальной кривизны). Поэтому правильный «с приборостроительной точки зрения» путь заключается в улучшении системы регистрации: снижение шумов преобразователей токов 4-хсекционного фотодетектора в напряжение, стабилизация интенсивности юстировочного лазера, увеличение длины оптического рычага...

Если вы согласны с этим, что еще можно предпринять для снижения шумов системы регистрации отклонений кантилевера?

2. Диссертация, стр. 54:

«Исторически первым появился нерезонансный метод, при котором подача переменного напряжения регистрация происходит на частоте, ниже контактного резонанса зондового датчика с поверхностью [1]. Этот метод прост в реализации, легко численно интерпретируется и не подвержен паразитному влиянию изменения рельефа и механических свойств в процессе построчного сканирования [80]»

Результаты работы [80] не имеют отношения к такой характеристике квазистатического (нерезонансного) метода и вообще к этому месту в тексте. Заявленное отчасти противоречит, например работе 82, где говорится о паразитном емкостном вкладе и полностью не согласуется с выводам нашей старой работы ФТТ 47, 6, 1110 (2005).

Как вы это прокомментируете?

3. Диссертация, стр. 78, Рис.46.

Почему на трубках дефинилаланина виден пьезоотклик только в LF сигнале? Если поляризация лежит в плоскости, то в DFL сигнале, пьезоотклик тоже должен быть проявлен и особенно сильно на трубках параллельных кантилеверу. Оба сигнала, LF и DFL, имеют примерно одинаковую угловую чувствительность к смещениям зонда в плоскости образца, обратно пропорциональную длине зонда ( $\sim 1/l_T$ ).

К сожалению, в тексте диссертации много орфографических ошибок, присутствуют тавтологии, есть несогласования в изложении. Источники 59, 82, 83, 103 даны без указания страниц, а в источнике 104 не указан журнал, том и страницы.

Список ошибок замеченных в диссертации и автореферате отослан автору отдельно. Сделанные замечания носят частный характер, не уменьшают научной и практической значимости диссертационной работы, не затрагивают научных положений. Структура работы является последовательной, отдельные части логически взаимосвязаны. Диссертация оформлена в соответствии с требованиями ВАК Минобрнауки РФ.

Результаты работы опубликованы в 4 статьях в реферируемых отечественных и зарубежных журналах, входящих в перечень ВАК, доложены на всероссийских и международных конференциях (7 публикаций в материалах конференций).

#### **Рекомендации по использованию результатов диссертационной работы**

Основные результаты диссертационной работы могут быть рекомендованы к использованию в производстве АСМ приборов, а также научных и учебных организациях применяющих АСМ исследования.

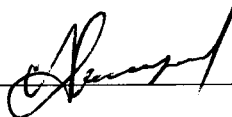
#### **Заключение**

Диссертационная работа А.С. Калинина «Методы атомно-силовой микроскопии для неразрушающего анализа электромеханических свойств наноструктур» является законченной научно-квалификационной работой и содержит решение задачи по разработке новых методов исследования поверхности, имеющей значение для развития экспериментальной физики. Диссертационная работа отвечает требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор Арсений Сергеевич Калинин заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

#### **Официальный оппонент:**

Анкудинов Александр Витальевич,  
доктор физико-математических наук,  
специальность 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики»,  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
старший научный сотрудник лаборатории физико-химических свойств полупроводников

« 14 » ноября 2017 г.

 А.В. Анкудинов

Адрес: 194021, Санкт-Петербург,  
Политехническая ул., 26  
(812) 297-2245  
e-mail: alexander.ankudinov@mail.ioffe.ru

Подпись А.В. Анкудинова заверяю  
Ученый секретарь ФТИ им. А.Ф. Иоффе  
Профессор, д.ф.-м.н. Шергин А.П.

