

УТВЕРЖДАЮ  
Директор АО «Государственный  
научно-исследовательский и проектный  
институт редкометаллической  
промышленности «Гиредмет»

Маянов Е.П.

«06» октября 2017 г.



## ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу

Решетова Владимира Николаевича

«Физические основы и методы использования гибридных резонансных датчиков в сканирующей зондовой микроскопии и инструментальном индентировании»,  
представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния».

Диссертация В.Н. Решетова посвящена разработке, теоретическому обоснованию и экспериментальной проверке методов измерения физико-механических свойств гетерогенных и однородных твердых материалов с использованием гибридных резонансных датчиков. Предлагаемые подходы и методики измерений предназначены для использования в приборах, совмещающих функцию инструментального индентирования и зондового сканирования, то есть специализированных атомно-силовых микроскопах и сканирующих наноинденторах.

### Актуальность

Актуальность диссертации обусловлена необходимостью контроля характеристик выпускаемых промышленных изделий и важностью изучения свойств новых тонких функциональных покрытий, гетерогенных, наноструктурированных и сверхтвердых материалов. Размер структурных элементов современных конструкционных материалов порой не превышает нескольких микрометров, поэтому разработка методик и оборудования, позволяющих с субмикронной точностью определять геометрические, механические и электрические свойства изделий, безусловно, актуально. Расширение функциональных возможностей сканирующих нанотвердомеров в сторону подобных измерений требует адекватных модельных представлений о процессах, происходящих в области контакта осциллирующего индентора с поверхностью образца. Более того, для осуществления приборной реализации требуется рассмотрения всех физических явлений в увязке с особенностями радиоэлектронного обеспечения конкретных сканирующих нанотвердомеров. Решаемый в данной работе круг задач во многом определен задачами

развития приборов, использующих пьезорезонансные гибридные зонды, и в частности к сканирующими нанотвердомерами семейства «НаноСкан». Однако область применимости полученных результатов включает гораздо более широкий круг устройств – это любые сканирующие наноинденторы и атомно-силовые микроскопы, имеющие резонансный датчик и возможность контроля его резонансных характеристик, силы прижима и протекающего через область контакта тока.

### **Научная новизна**

Основные достижения соискателя сформулированы в четырех положениях, выносимых на защиту. Каждое из положений содержит обширное пояснение и область применимости положения. Рассмотрим эти положения последовательно.

1. Физическая модель сканирующего нанотвердомера «НаноСкан», описывающая процесс взаимодействия острия индентора, установленного на резонансном датчике, с поверхностью исследуемого материала и увязывающая локальные значения твердости и модуля упругости тестируемого материала с изменениями параметров резонансного зонда и силой прижима.

Диссертация содержит целый ряд рабочих моделей, описывающих широкий круг физических явлений, связанных с работой сканирующих нанотвердомеров. Все модели основаны на базовых принципах физики конденсированного состояния, теории упругости и колебательных систем. Разнообразие контактных явлений, свойственных инструментальному индентированию, привело к необходимости разработки целого ряда аналитических моделей для различных режимов работы сканирующего нанотвердомера. До выполнения данного исследования разработчикам «НаноСкан» приходилось использовать эмпирические и интуитивные предположения о механизмах контактного взаимодействия осциллирующего острия зонда с поверхностью, в результате работы появилась возможность теоретического расчета характеристик прибора и математического моделирования критических узлов сканирующего нанотвердомера.

2. Описание работы гибридных резонансных датчиков в составе сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров.

Данное положение охватывает ключевые научные результаты, позволившие обосновать возможность измерения твердости материалов в процессе сканирования. Было получено аналитическое выражение, связывающее измеряемое значение индентационной твердости с локальным значением модуля Юнга и изменением параметров резонансного зонда, и основанное на особенностях поведения твердых тел при их деформировании.

Связывание аналитическим выражением измеряемых в процессе сканирования и индентирования электрических и механических величин с удельной

электропроводностью исследуемого материала открыло широкие возможности для развития метрологических возможностей приборов, измеряющих локальные электрических свойств гетерогенных материалов.

Впервые было проведено широкое сопоставление экспериментальных и расчетных данных, позволившее верифицировать предложенные методики и их теоретическое обоснование.

Все предложенные методики и подходы основаны на глубоком понимании физики конденсированного состояния и демонстрируют тот факт, что даже приближенное аналитическое описание явления обеспечивает возможность корректного и более точного измерения. Следует особо отметить проведенный автором анализ собственных автогенераторному методу возбуждения колебаний зонда шумам и вывод критерия неразрушающего сканирования поверхности образца приборами, использующими резонансные датчики.

3. Разработка научно-технической базы, позволившей создать несколько поколений сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан» и ряда оригинальных измерительных методик, а также провести исследования ряда уникальных структур и материалов с использованием приборов, работающих на принципах, рассмотренных в данной диссертационной работе.

Изложенное положение не требует комментариев. Действительно при участии соискателя в ФГБНУ ТИСНУМ было разработано несколько поколений сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан» и проведено исследование широкого круга конструкционных материалов, функциональных покрытий и перспективных углеродных материалов. Эти исследования имели существенное значение для установления структуры и свойств исследуемых конденсированных состояний вещества.

4. Научно-техническая поддержка разработки метрологического атомно-силового микроскопа на базе прибора «НаноСкан», сопряженного с трехкоординатным лазерным гетеродинным интерферометром, и создание на его основе ряда уникальных измерительных установок, вошедших в состав двух государственных эталонов Российской Федерации. Государственный первичный специальный эталон единицы длины в области измерений параметров шероховатости ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственный первичный эталон твердости по шкалам Мартенса ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ).

Как говорил Д.И. Менделеев: «Наука начинается там, где начинают измерять». В этом плане разработка и изготовление серии отечественных метрологических сканирующих зондовых микроскопов, сопряженных с трехкоординатным лазерным интерферометром и оснащенных чувствительным элементом в виде



пьезорезонансного зонда камертонной конструкции, может считаться серьезным аргументом в пользу того, что проделанная соискателем работа привела к значимым научным результатам и оказала заметное влияние на развитие отрасли научного приборостроения.

Новизна научных результатов представленных в диссертации обоснована и подтверждена целым рядом научных публикаций и положительными решениями по 12 авторским свидетельствам и патентам. Впервые дано комплексное описание широкого круга физических процессов, наблюдающихся при работе сканирующих нанотвердомеров.

Представленные научные результаты касаются разработки методов измерения физических свойств кристаллических и аморфных, гомогенных и структурированных веществ в твердом состоянии при различных внешних условиях. Исследования относятся ко 2 пункту паспорта специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» и содержат «Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств неупорядоченных неорганических и органических систем». Проведенные автором исследования описывают анализ физических процессов, связанных с работой пьезорезонансного зонда и происходящих в области контакта зондового острия с исследуемым материалом, и их взаимосвязи с измеряемыми в процессе сканирования физическими величинами. В работе упоминаются результаты исследований конструкционных материалов и полученные с использованием разработанных подходов экспериментальные данные.

Представленные исследования соответствуют так же первой части 6 пункта паспорта данной специальности: «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств материалов». Работа содержит физическое обоснование ряда измерительных методик, используемых в приборах семейства «НаноСкан» и позволяющих измерять форму поверхности, модуль Юнга, индентационную твердость и удельное электрическое сопротивление исследуемого материала с субмикронным латеральным разрешением, как в процессе сканирования таки методами кривых подвода и наноиндентирования.

Важнейшим результатом исследования является убедительная демонстрация возможности измерения этих характеристик у гетерогенных и композиционных материалов, а также многослойных функциональных покрытий и поверхностно упрочненных изделий прямо во время сканирования формы их поверхности. Это достигается благодаря использованию гибридного резонансного зонда и возможности локализации анализируемых физических процессов в областях материала размером существенно меньше одного микрометра.

## **Достоверность**

Все существенные результаты прошли экспериментальную проверку, в том числе и в независимых исследовательских центрах, и стали основой ряда методик проведения измерений, реализованных в приборах семейства «НаноСкан» и зарегистрированных в Государственном реестре. Основные результаты, на которых базируются положения, выносимые на защиту, опубликованы в рецензируемых журналах и представлены на всероссийских и международных конференциях. Предложенные конструктивные решения и подходы были использованы при создании Государственных эталонов в области нанометрологии.

## **Значимость работы**

Выводы и положения, выносимые на защиту, а также полученные автором результаты имеют как теоретический, так и прикладной характер. Важным является обоснование возможности количественного измерения локальных механических и электрических свойств материалов с субмикронным пространственным разрешением с помощью резонансных зондов и вывод аналитических выражений, связывающих механические и электрические свойства области исследования с измеряемыми характеристиками гибридного резонансного зонда. Прделанная автором работа является востребованной в области изучения свойств гетерогенных материалов и для развития области сканирующей зондовой микроскопии и нанотвердомерии. Заметный вклад она оказала и на развитие приборов семейства «НаноСкан».

## **Структура диссертации и результаты работы**

Диссертация состоит из введения, семи глав, заключения и трех приложений, содержит 315 страниц текста, 145 рисунков и список использованной литературы из 175 наименований. Автореферат содержит 48 страниц текста, 16 рисунков, список из 30 печатных работ соискателя и 12 авторских свидетельств и патентов.

Во введении обозначена актуальность и научная значимость исследования, сформулированы основные цели и задачи, отмечен личный вклад соискателя и роль соавторов. Приведены факты, подтверждающие значимость и завершенность проделанного исследования, продемонстрировано соответствие темы диссертации паспорту специальности, сформулированы положения, выносимые на защиту, и освещена публикационная активность соискателя. Кратко описано место проведенных исследований в современной науке о твердых телах и методах их исследования.

В первой главе дан обзор физических подходов и экспериментальных данных относящихся к области исследования. Рассмотрены «Основные модели, описывающие взаимодействия острия зонда с поверхностью» следуя открытым публикациям. На основании обзора литературы были сформированы реалистичные модели, описывающие

различные варианты взаимодействия острия индентора, закрепленного на осциллирующем зонде, с исследуемой поверхностью и указали пути дальнейшего исследования.

Во второй главе рассмотрены конкретные технические вопросы, связанные с использованием гибридных резонансных зондов, и обсуждены «Основные подходы к конструированию сканирующих нанотвердомеров». Обзор конструкций современных приборов, предназначенных для инструментального индентирования, позволил автору максимально полно реализовать потенциальные возможности гибридных резонансных датчиков в области сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования. В этой главе дано краткое описание приборов семейства «НаноСкан» и пояснены физические принципы, лежащие в основе их работы, и логика их развития.

Третья глава посвящена рассмотрению автоколебательного режима возбуждения колебаний резонансного зонда. В ней проведен «Анализ автогенераторного тракта и принципов измерения параметров колебаний зонда в приборах «НаноСкан». Проанализированы резонансные и электромеханические характеристики зонда камертонной конструкции. Описаны два режима его работы – колебательный и квазистатический.

В этой главе представлен теоретический и экспериментальный анализ фундаментальных шумов, свойственных автогенераторному способу возбуждения колебаний, и определена ширина спектральной линии автогенерации при типичных уровнях шума и амплитудах колебания пьезорезонансного зонда камертонной конструкции, используемого в приборах семейства «НаноСкан». Показано, что технические уходы являются доминирующими на данном этапе развития электронного обеспечения. Тепловые шумы электроники и дробовые шумы света не ограничивают метрологические возможности приборов с гибридным резонансным датчиком, используемым в составе автогенераторной схемы контроля его механических характеристик.

В четвертой главе проведен анализ физических процессов, происходящих в области контакта осциллирующего острия индентора с исследуемым материалом. Предложены модели, описывающие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода острия индентора к поверхности.

Установлено, что при достаточно высоком уровне прижима острия зонда к поверхности материала в колебательном режиме работы возможно измерение приведенного значения индентационной твердости образца, то есть количественное определение твердости при известном значении модуля упругости материала. При этом не



требуется использования детальной информации о форме острия колеблющегося индентора.

Полученные аналитические зависимости верифицированы экспериментальными исследованиями, продемонстрировавшими применимость использованного подхода и доказавшими возможность количественного измерения модуля упругости и твердости методом кривых подвода. Важной особенностью предложенного автором метода измерения индентационной твердости является нечувствительность алгоритма обработки данных к детальной форме кончика индентора и использование для расчета твердости и модуля упругости Юнга легко измеряемых величин – силы прижима сдвига резонансной частоты и амплитуды колебаний острия зонда.

Пятая глава посвящена рассмотрению возможности электрических измерений с использованием гибридных резонансных зондов. Был проведен анализ возможности измерения удельной локальной электропроводности материала с помощью гибридного пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором. Продemonстрировано наличие инвариантных по отношению к глубине погружения или силе прижима соотношений, позволяющих связать измеряемые величины (силу прижима, ток и сдвиг резонансной частоты зонда) с локальным значением электропроводности исследуемого материала и токопроводящего индентора.

Предложенный автором метод за счет резонансного способа контроля площади контакта позволил связать величину контактного сопротивления с удельным электрическим сопротивлением материала. При этом в качестве дополнительной информации об исследуемом материале используются данные о модуле Юнга материала, которые могут быть получены путем измерений с использованием того же гибридного пьезокерамического зонда.

Данный подход строго следует базовым положениям метода инструментального индентирования и открывает возможность для исследования не только механических, но и электрических свойств гетерогенных материалов с субмикронным пространственным разрешением. Представленные в данной главе результаты были получены с использованием склерометрического модуля, входящего в состав зондовой нанолaborатории «Интегра-Прима». Использовался стандартный пьезокерамический зонд камертонной конструкции с индентором в форме пирамиды Берковича, изготовленной из легированного бором синтетического алмаза, выращенного в ФГБНУ ТИСНУМ.

В шестой главе рассмотрены диссипативные процессы, происходящие в области контакта острия индентора с поверхностью, и проведен анализ физических явлений, влияющих на амплитуду колебаний зонда. Рассмотрено несколько физических механизмов диссипации энергии в области контакта: вязкие потери в слое жидкости, пластическая деформация образца, вязкоупругое взаимодействие и капиллярные эффекты.

Интересен результат оценки автором вязких потерь, возникающих в области контакта осциллирующего острия в присутствии слоя несжимаемой вязкой жидкости на поверхности образца. Получено аналитическое выражение для энергии, теряемой в слое жидкости за период одного колебания острия.

Автором показано, что потери механической энергии в области контакта осциллирующего острия индентора с поверхностью влияют на работу сканирующих нанотвердомеров, но при определении модуля упругости и твердости исследуемого материала изменение амплитуды можно учесть при обработке экспериментальных данных согласно предложенным моделям. Данная процедура легко осуществима благодаря контролю амплитуды колебаний амплитудным детектором, входящим в состав схемы электронного обеспечения.

В седьмой главе диссертации представлены результаты экспериментальной проверки предложенных физических моделей и подтверждена практическая реализуемость этих методик на приборах семейства «НаноСкан». Глава посвящена демонстрации возможности построения карт механических свойств поверхности методом сканирования с использованием гибридного резонансного датчика, работающего в автогенераторном режиме возбуждения.

В данной главе представлены оценки автором механических напряжений, возникающих в области контакта острия алмазного индентора пьезорезонансного зонда с исследуемой поверхностью, и определены сдвиги резонансной частоты, не приводящие к разрушению материала при сканировании. Полученное аналитическое выражение позволяет оценить качество сканирования для заданных параметров зонда, исследуемого материала и режима возбуждения:

Экспериментально подтверждена возможность количественного картографирования с субмикронным разрешением индентационной твердости исследуемого материала при его сканировании и определена толщина слоя материала, разрушаемого при измерении твердости. Предложенная методика измерения приведенной твердости была апробирована на кварцевых волокнах, сверхвысокочастотном гибридном пьезорезонаторе. Представленные автором результаты демонстрируют возможность таких измерений и необходимость использования этих методик при изучении физических эффектов в гетерогенных конструкционных материалах.

В заключении диссертации подведен краткий итог диссертационной работы, сформулированы основные научные и практические результаты, обоснована значимость вклада соискателя в развитие области физики конденсированного состояния и научного приборостроения, предназначенного для изучения механических, электрических и вязкоупругих свойств твердых тел, гетерогенных материалов и функциональных покрытий. Кратко повторены положения, выносимые на защиту, и обозначены



направления дальнейших исследований в области изучения твердых тел гибридными резонансными датчиками.

Список литературы содержит 175 наименований.

В «Приложении А» размещен рекламный буклет приборов семейства «НаноСкан».

Данный материал позволяет понять насколько разнообразны возможности приборов, использующих гибридные резонансные зонды, и сколь широка область их применения при исследовании физических свойств разного рода материалов и покрытий.

В «Приложении Б» размещен «Список публикаций, использующих результаты, полученные на приборах семейства «НаноСкан».

Судя по данному списку востребованность проделанной соискателем работы при исследовании наноструктурированных материалов и упрочняющих покрытий достаточно высока и не ограничивается областью исследований связанных с изучением свойств конденсированного состояния вещества.

В «Приложении В» приведен перечень зарегистрированных методик измерения, поддерживаемых приборами семейства «НаноСкан», перечень приборов, внесенных в Реестр средств измерений РФ, и список наград, полученных за проведенные разработки и исследования.

Представленные здесь материалы еще раз подтверждают актуальность, новизну, высокий научный уровень, перспективность, и доведенность до «железного» воплощения результатов представленных в диссертации Решетова В.Н.

Все разделы диссертации изложены четко и понятно, написаны хорошим русским языком, показана новизна, достоверность и значимость выполненной автором работы.

Автореферат в полной мере отражает содержание работы, ее актуальность, практическую значимость, новизну и другие значимые моменты. Основные результаты выносимые на защиту опубликованы в печати.

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 30 печатных источниках являющихся реферируемыми журналами из списка ВАК или входящими в одну из баз международных систем цитирования: Web of Science, Scopus или Chemical Abstracts. Частные результаты были представлены на десятках конференций. Список патентов и авторских свидетельств Решетова В.Н. содержит 12 наименований.

При знакомстве с текстом диссертации и автореферата возникли следующие **вопросы и замечания.**

1. Введение и заключение диссертации содержат достаточно много материала публицистического характера касающегося истории развития приборов семейства «НаноСкан». Это воспринимается достаточно органично и понятно с

человеческой точки зрения, поскольку значительная часть жизни соискателя связана с данной разработкой. Соответственно, в тексте автореферата изложение местами напоминает научно-популярную статью, а не классическое академическое произведение. Стилистически строгое изложение больше соответствует характеру подачи материала в докторской диссертации.

2. К недостаткам работы можно отнести ряд промежуточных выкладок и многоэтажных математических выражений, которые далее упрощаются до приемлемого вида. Это привело к увеличению объема диссертации и затруднило вычленение из текста ключевых методов анализа. Автореферат свободен от данного недостатка, в нем приведены четкие формулировки и конечные упрощенные формулы.
3. Диссертационная работа имеет междисциплинарный характер и посвящена обсуждению целого ряда не только физических, но и технических проблем. При этом круг поднятых теоретических вопросов продиктован практическими задачами использования гибридных резонансных датчиков и совершенствованием приборов семейства «НаноСкан». Однако на основной инженерный вопрос, в чем состоит основное техническое преимущество приборов с пьезорезонансными датчиками, в работе не представлено развернутого ответа.

Перечисленные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации в целом и, скорее, являются пожеланиями соискателю ученой степени на будущее.

Разработанные автором положения и полученные результаты рекомендуется использовать в организациях и предприятиях, производящих оборудование для контроля механических свойств и рельефа поверхности, в том числе в ФГБНУ «ТИСНУМ», группе компаний «НТ-МДТ», а также в крупных научно-исследовательских и производственных предприятиях и институтах, использующих сканирующие нанотвердомеры и атомно-силовые микроскопы: ВНИИФТРИ, ВНИИМС, НИЯУ МИФИ, ГУ МФТИ, НПО КМ «Прометей», НГУ, ИК РАН, СГАУ, УрФУ и другие научные и учебные заведения.

В целом, диссертация Решетова Владимира Николаевича, является **научно-квалификационной работой, в которой комплекс выполненных автором исследований можно квалифицировать как решение актуальной научной проблемы в области методов контроля физических свойств однородных и гетерогенных материалов, находящихся в конденсированном состоянии, имеющей важное хозяйственное значение** — разработаны методы использования гибридных резонансных

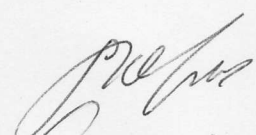
датчиков в сканирующей зондовой микроскопии и инструментальном индентировании, позволяющие измерять механические и электрические свойства материалов с субмикронным пространственным разрешением.

Выполненное Решетовым В.Н. исследование соответствует паспорту специальности 01.04.07 — физика конденсированного состояния по формуле и областям исследований.

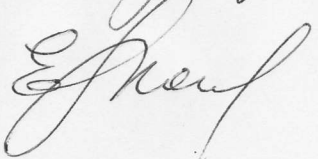
Таким образом, по актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная диссертация соответствует критериям, установленным п.9 и п.14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени, а ее автор Решетов В.Н. достоин присуждения ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния».

Отзыв рассмотрен и обсужден на заседании Научно-технического совета Материаловедение, физика и технология полупроводников института Гиредмет (Протокол № 4 от 06 октября 2017г.).

Председатель заседания,  
заведующий лабораторией, к.т.н.

 Орлов А.Ф.

Секретарь заседания

 Молодцова Е.В.