

ОТЗЫВ

**официального оппонента на диссертационную работу
Залыгина Антона Владленовича «Система зондово-оптической 3D
корреляционной микроскопии и ее применения в исследовании свойств
наноматериалов», представленную на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01. –
«Приборы и методы экспериментальной физики»**

Диссертационная работа А.В. Залыгина посвящена разработке оригинальной экспериментальной процедуры и уникальной научной установки, с помощью которых были проведены исследования новых материалов на основе холестерических жидких кристаллов со свойствами, управляемыми оптическим излучением.

Неразрушающие методы анализа современных наноматериалов со сверхвысоким разрешением и возможностью трёхмерного анализа образца являются актуальной задачей современной микроскопии. Предложенный метод корреляционной микроскопии на основе сканирующей зондовой микроскопии, оптической микроскопии и ультрамикротомии позволяет получать ранее недоступную информацию о физических, химических и морфологических свойствах химических и биологических образцов с нанометровым разрешением по всем трём координатным осям. В частности, в работе изучаются материалы, являющиеся крайне перспективными с точки зрения создания современных устройств для фотоники и медицины. Параметры процессов, происходящие в таких материалах, как правило, неоднородны по объёму матрицы, что обуславливает необходимость развития новых инструментальных методов, позволяющих получать информацию о пространственном распределении физико-химических параметров исследуемого материала с пространственным разрешением на уровне нанометрового диапазона.

Диссертация А.В. Залыгина оформлена согласно рекомендациям ВАК и состоит из введения, обзора литературы, материалов и методов, экспериментальной части, включающая результаты работы и их обсуждения, заключения и списка литературы. Материал изложен на 101 странице, содержит 41 рисунок. Библиографический список включает 116 ссылок.

Во введении сформулированы цели и задачи работы, обоснована её актуальность, научная новизна и практическая значимость.

Первая глава посвящена обзору литературы. Она включает описание методов сканирующей зондовой микроскопии, оптической микроскопии и ультрамикротомии, а также корреляционных методик, совмещающих в себе

различные принципы микроскопии. Также описываются использованные в работе материалы: жидкие кристаллы и квантовые точки, оптически кодированные микросферы.

Во второй главе описано изучение наноматериалов (плёнки нематических и холестерических жидких кристаллов различной толщины, а также матрица из холестерических жидких кристаллов, допированная двумя типами квантовых точек) при помощи специально разработанных уникальных методик, совмещающих в себе атомно-силовую микроскопию, поляризационную оптическую микроскопию, сканирующую зондовую нанотомографию и флуоресцентную спектроскопию.

Третья глава посвящена созданию на основе данной методики системы зондово-оптической 3D корреляционной микроскопии. Эта уникальная научная установка совмещает конфокальную микроспектроскопию и 3D сканирующую зондовую нанотомографию. Для работы с этой системой была доработана и оптимизирована описанная ранее методика. А её возможности были продемонстрированы на флуоресцентных магнитных микрометровых микросферах, используемых в иммунодиагностике.

В заключении приведены основные полученные научные результаты:

1. В ходе данной работы была создана экспериментальная установка, представляющая собой комбинацию СЗМ и ПОМ, состоящая из системы сканирования АСМ, вертикального ОМ, столика для инвертированной оптической микроскопии и системы кросс-поляризованного излучения, а также методика, позволяющая оценивать влияние сфокусированного лазерного пучка на тонкие плёнки жидких кристаллов.

2. Посредством данной методики было установлено, что сфокусированное облучение лазером приводит к образованию кратеров только в плёнках толщиной 5-10 мкм, в тонких плёнках (100-200 нм) кратеры не образуются. Хиральная структура плёнки не оказывает никакого воздействия на кинетику образования кратеров и их глубину.

3. Была разработана уникальная трёхэтапная экспериментальная процедура структурной характеристики, позволяющей на одном и том же участке образца проводить измерения методами АСМ, ПОМ и флуоресцентной микроспектроскопии, а также восстанавливать 3D-структуру образца посредством СЗМТ. Был разработан метод оценки гомогенной растворимости единичных КТ в холестерической ЖК-матрице, основанный на анализе их 3D распределения и вычислении объемного процента единичных КТ в анализируемом объеме.

4. Было посчитано, что максимальная массовая доля однородно растворённых CdSe/ZnS КТ в гибридной матрице холестерических ЖК

составляет $5 \cdot 10^{-4} - 7,5 \cdot 10^{-4} \%$, среднее расстояние между отдельными КТ составляет около 150 нм, и они не оказывают особого влияния на структуру матрицы. Только одна из 40 инкорпорированных в матрицу КТ действительно была в ней однородно растворена, а более 97 % КТ агрегировали в кластеры со средним диаметром около 1,5 мкм, расположенные только в дефектных областях гибридной ЖК-матрицы и занимающие меньшую часть общей поверхности образца. Это объясняется низкой аффинностью поверхности КТ к поверхности ЖК-матрицы. Отдельные КТ особого влияния на матрицу не оказывают, что позволяет увеличить объёмную концентрацию КТ как минимум на порядок.

5. Был разработан и протестирован аппарат для проведения исследований методом СЗНТ-ОМ, объединенный единый комплекс. Также была разработана общая методика исследования таким аппаратом флуоресцентных магнитных композитных микросфер, сочетающая в себе технологии СЗМ, ОМ и УМ. Данные были объединены в единый массив, позволяющий получать 3D-характеристику морфологии, химического состава, межкомпонентного взаимодействия, механических, электрических, магнитных, а также других свойств объёмных композитных материалов. Проведённые в данном исследовании испытания продемонстрировали, что при комбинации методов СЗМ, ОМ и УМ в едином аппаратном комплексе не возникает каких бы то ни было компромиссных ситуаций, ограничивающих работоспособность техники.

Существенных замечаний по тексту диссертации, задачам, выводам и положениям, выносимым на защиту, нет. При общей положительной оценке диссертации, однако, необходимо отметить, что в работе имеются отдельные стилистические погрешности и опечатки, а также некоторые недочёты:

- На странице 89 при описании параметров установки указывается: *«Шум сигнала по Z – оси не превышал 0,05 нм, а боковые направления (плоскость XY) полностью определялись диаметром консольного наконечника»*. Вызывает сомнения использования термина «шум» в данной ситуации.
- Несмотря на то, что литературный обзор включает в себя описание материалов, использованных в работе, по какой-то причине подробные описания исследуемых образцов и их синтеза вынесены отдельно в каждую главу, хотя всю эту информацию можно было бы включить именно в литературный обзор.

Однако указанные замечания имеют технический характер и не меняют общего благоприятного впечатления от работы. Результаты исследований были опубликованы в 13 статьях в международных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus журналов, а также в 2 статьях в российских журналах, 1 из которых входит в перечень ВАК. Результаты работы были представлены на 11 международных и всероссийских конференциях. А.В. Залыгин является одним из соавторов патента на изобретение, подтверждающего уникальность созданной в ходе работы установки.

Работа отвечает требованиям к кандидатским диссертациям согласно п. 9 положения «О порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ № 842 от 24.09.2013. Её автор А.В. Залыгин заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «приборы и методы экспериментальной физики».

Официальный оппонент

Доктор физико-математических наук,
профессор

Бункин Н. Ф.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э. Баумана)

почтовый адрес: 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1

тел.: +7-916-923-49-95

email: nbunkin@bmstu.ru

Подпись Бункина Н. Ф. заверяю



ПОДПИСЬ ЗАВЕРЯЮ

И.М. НАЧАЛЬНИКА УПРАВЛЕНИЯ КАДРОВ
НАЗАРОВА О.В.

ТЕЛЕ 8-499-263-60-48