

# ОТЗЫВ

официального оппонента

доктора физико-математических наук Чхало Николая Ивановича

на диссертацию **Назьмова Владимира Петровича**

**«Литографическая широкоапертурная рефракционная рентгеновская оптика»**

представленную на соискание учёной степени доктора физико-математических наук по

специальности 01.04.01 — приборы и методы экспериментальной физики

в диссертационный совет Д 003.016.03.на базе

ФГБУН Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН

Благодаря развитию источников синхротронного излучения нового поколения, методам цифровой регистрации рентгеновских изображений с высоким пространственным разрешением и прецизионной механике в последние годы наблюдается значительный прогресс в микроскопических методах исследования вещества с использованием жесткого рентгеновского излучения. В качестве объектов исследований выступают, как природные образцы, так и сделанные человеком, в том числе и предметы искусства, да и сам человек. Высокая проникающая способность и малая длина волны жесткого рентгеновского излучения позволяют изучать трехмерную структуру образцов с микронным-нанометровым пространственным разрешением. Использование потенциала рентгеновского излучения в микроскопических исследованиях в полной мере во многом зависит от изображающих/коллимирующих свойств рентгенооптических элементов. В последние годы благодаря уникальным функциональным возможностям, стойкости к мощным потокам рентгеновского излучения и простоте проведения экспериментов, широкому спектру приложений, рентгеновские преломляющие линзы встали в один ряд с традиционными изображающими рентгенооптическими элементами, такими как зеркала и зонные пластинки Френеля (в различных их модификациях). Основными проблемами, которые должны быть решены для дальнейшего развития этого направления, являются увеличение рабочей апертуры, поиск новых дизайнов, обеспечивающих увеличение эффективности, повышение пространственного разрешения и продвижение в длинноволновую область, а так же поиск новых приложений в науке, технике и технологиях. В частности, традиционные преломляющие линзы на основе кремния и алюминия, прежде всего из-за сильного поглощения материалов, имеют апертуру несколько десятков микрометров. До сотен микрометров удается увеличить апертуру бериллиевых линз. Однако из-за рассеяния на микрошероховатостях преломляющих поверхностей и микрокристаллитах материала, получаемого методом порошковой

металлургии, падает эффективность и обнаружительная способность систем на основе линз из берилля. Поэтому диссертационная работа В.П. Назьмова посвященная развитию методов глубокой рентгеновской литографии для получения микроструктур со сверхвысоким аспектным соотношением и разработке на основе этих методов элементов преломляющей рентгеновской оптики, охватывающая все аспекты проблемы, от технологии рентгенолитографии, разработки новых дизайнов преломляющих линз, изучение их рентгенооптических характеристик до практических применений, безусловно является **актуальной**.

**Научная новизна работы** заключается в следующем:

Модифицирован метод глубокой рентгенолитографии и выработаны условия, при которых впервые получены микроструктуры высотой 7 мм и более, достигнуто аспектное отношение 560 и более.

Предложен метод и выработаны условия формирования поддерживающего слоя, консолидированного в одной полимерной 3D-сети с функциональными микроструктурами; продемонстрировано формирование многоуровневой системы с несколькими поддерживающими слоями.

Выработаны технические и технологические условия формирования преломляющих рентгеновских LIG-линз. Впервые продемонстрирована 2D-фокусировка рентгеновского излучения линзой, состоящей из двух линз с линейным фокусом и ориентированных под 90 градусов одна относительно другой на одной подложке.

Предложены и на практике реализованы математические модели, описывающие мозаичные и адиабатические мозаичные планарные линзы.

Проанализированы оптические условия построения и реализован на базе элементов LIG-оптики многопольный рентгеновский микроскоп, пространственное разрешение которого в двух разных полях зрения составило 190 нм.

Разработана и изучена преломляющая широкоапертурная линза, позволившая фокусировать кванты с энергией более 200 кэВ в фокус с размером около 5 мкм.

Разработана и изучена преломляющая линза, продемонстрировавшая превышение числовой апертурой линзы величины угла полного внутреннего отражения для материала линзы.

Экспериментально подтверждена теоретически предсказанная возможность монохроматизации рентгеновского излучения с помощью мозаичной линзы.

Предложена мозаичная линза, преломляющие элементы которой в зависимости от места расположения в линзе изготавливаются из различных материалов, которая обеспечивает увеличения апертуры преломляющей линзы при высоких энергиях квантов.

На базе двух преломляющих 2D-линз построен оптический телескоп, обеспечивающий коллимацию потока рентгеновского излучения с углом расходимости до 0,5 мкрад и выигрышем в интенсивности в выходном пучке около 10

В качестве **теоретической и практической значимости** проведенных В.П. Назьмовым исследований необходимо отметить следующее. Развитые в диссертации математические модели, устанавливающие взаимосвязь между геометрическими размерами и количеством преломляющих элементов, размером и когерентными свойствами источника рентгеновского излучения, фокусным расстоянием и размером фокусного пятна, имеют общий характер и могут быть использованы для построения систем LIG-оптики с другими, нежели приведенными в диссертации, параметрами и с использованием других материалов. Разработанный автором литографический метод многоуровневой механической стабилизации микроструктур со сверхвысоким аспектным отношением представляет большой интерес для исследователей и будет востребован при разработке различных высокоаспектных микроструктур методом рентгеновской литографии. Предложенные и реализованные на практике автором дизайны преломляющих линз и рентгенооптических схем различного назначения для фокусировки, коллимации и построения изображений в рентгеновском диапазоне представляют значительный интерес для исследователей, использующих как синхротроны, так и лабораторные источники жесткого рентгеновского излучения. Изготовленные автором преломляющие линзы были использованы при проведении экспериментов на источниках синхротронного излучения ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск, ANKA, (Карлсруэ, Германия), ESRF, (Гренобль, Франция), PETRA-III, (Гамбург, Германия), Spring-8, (Химеджи, Япония), SLS, (Цюрих, Швейцария), DELTA, (Дортмунд, Германия), BESSY, (Берлин, Германия), LNLS (Кампинас, Бразилия)

**Обоснованность полученных результатов и достоверность** диссертационной работы подтверждена использованием адекватных методов исследований и согласованностью полученных результатов с известными теоретическими и экспериментальными результатами. Достоверность экспериментальных данных обеспечивается так же использованием современных средств измерений и стандартных методик проведения исследований, а так же высокими экспериментальными результатами, полученными исследователями при использовании разработанных авторами преломляющих линз и рентгенооптических систем. Полученные автором диссертации результаты прошли глубокую научную экспертизу, как в стране, так и за рубежом. Представленные в диссертации результаты докладывались на 39-ти

Международных, 10-ти Российских и 6-ти иностранных национальных конференциях и конгрессах.

Необходимо отметить, что **личный вклад** В.П. Назьмова в получении научных результатов, лежащих в основе диссертации, является определяющим. Можно смело утверждать, что на данный момент В.П. Назьмов является ведущим специалистом в области разработки и технологии сверхвысокоапертурных преломляющих полимерных линз для жесткого рентгеновского излучения.

Диссертация В.П. Назьмова состоит из введения, пяти глав, основных результатов работы, рекомендаций по использованию результатов и перспектив, перечня сокращений, списка иллюстративного материала, цитированной литературы и изложена на 245 страницах, и содержит 160 наименований библиографии.

#### **Общая характеристика и содержание работы:**

Во **введении** В.П. Назьмов обосновывает актуальность темы диссертации, отмечает степень разработанности темы исследования, формулирует цель и задачи, отмечает научную новизну, теоретическую и практическую значимость работы, описывает методологию и методы исследования, формулирует основные положения, выносимые на защиту, аргументирует достоверность полученных результатов и описывает где результаты, изложенные в диссертации, были представлены.

**Первая глава** диссертации посвящена развитию рентгенолитографического метода формирования микроструктур со сверхвысоким аспектным соотношением. Описывается разработанная методика формирования ультратолстых слоев фоторезиста марки SU-8 (и его модификации mr-L5100PXP) на кремниевой подложке и последующее формирование в них ультрадлинных (до 8 мм) с ультравысоким аспектным соотношением (до 560) микроструктур. Описывается методика характеризации полученных структур. Анализируется влияние различных технологических факторов (мощность и спектр падающего рентгеновского излучения, концентрация разбавителя, размер микроструктур, диффузия фотоэлектронов, флуоресценция маски и резиста) на шероховатость боковых поверхностей и деформацию получаемых микроструктур. На основе выявленных закономерностей формулируются оптимальные параметры процесса, обеспечивающие минимальную дефектность формируемых микроструктур. Для стабилизации механических характеристик ультравысоких микроструктур предлагается использование поддерживающих суб-слоев. Описывается методика формирования микроструктур с поддерживающими суб-слоями и приводится экспериментальная демонстрация эффективности предлагаемого метода. Исследуются процессы деструкции полимера SU-8 под действием рентгеновского излучения, объясняется физические причины высокой

радиационной стойкости этого полимера. Основные эксперименты проведены на синхротронных источниках ANKA, г. Карлсруэ, Германия, ESRF Гренобль, Франция и ВЭПП-3, Новосибирск. Разработанные в этой главе методы в дальнейшем будут использованы при разработке и изготовлении преломляющих линз из этих полимеров.

**Вторая глава** диссертации В.П. Назьмова посвящена разработке методов оптимизации геометрических характеристик и состава, и изготовления планарных преломляющих линз с непрерывным параболическим профилем преломляющих поверхностей с помощью LIG технологии с ультра-высокими апертурой и аспектным отношением. Для характеристики рентгеновских линз вводится понятие акцептанса. Численно анализируется влияние материала, величины апертуры, количества и статистического разброса положения преломляющих элементов в линзе на эффективность сбора рентгеновского излучения и размер пятна фокусировки. На основе полученных в диссертации оптимизационных алгоритмов и методов формирования в полимере SU-8 изготовлена серия преломляющих 1-Д линз с апертурой до 1,5 мм, длиной фокуса до 2,1 мм и измеренной шириной линии фокуса  $105\pm15$  нм. Эксперименты проводились на источнике синхротронного излучения ESRF. Для проведения этих измерений Назьмовым В.П. предложена и реализована на практике оптимизированная флуоресцентная методика измерений ширины фокуса. Предлагается схема и подготовлен эксперимент по изучению слоистых структур методом стоячих волн с использованием изготовленных автором линз.

**В третьей главе** диссертации автор описывает разработанные им методы получения 2-Д фокусировки с помощью скрещенных планарных полимерных с непрерывным параболическим профилем линз, расположенных на одной подложке. Геометрическая апертура изготовленной и изученной в работе скрещенной системы составила 0,8 мм. Анализируются технологические аспекты рентгенолитографии, влияющие на качество и геометрические размеры преломляющих поверхностей, точность совмещения осей двух линз. Теоретически и экспериментально на синхротроне PETRA-III изучались тонкие и длинные линзы. Описывается два типа длинных линз – с постоянной геометрической апертурой и адиабатические. С помощью длинных линз с постоянной апертурой получено минимальное пятно фокусировки диаметром около 80 нм, с помощью адиабатической – до 67 нм. Приводятся данные, подтверждающие высокую радиационную стойкость линз из SU-8. Стабильность положения фокуса сохранялась в течение всего времени облучения, около 75 часов пребывания в пучке синхротронного излучения из установленных последовательно 3-х ондуляторов. Описываются некоторые применения разработанных автором преломляющих линз, демонстрирующие преимущество преломляющих линз из SU-8 перед зеркалами и зонными пластинками. В.

частности, продемонстрирована рекордная обнаружительная способность, до 0,01 ppm, при рентгеновском микроанализе с использованием разработанных автором линз. Эксперимент сделан на источнике синхротронного излучения ESRF. В главе описываются разработанные автором многопольный рентгеновский микроскоп для изучения больших объектов и телескоп для малоугловой микродифракции.

**Четвертая глава** диссертации посвящена изучению возможностей полимерных киноформных 1-D преломляющих линз. Целью исследований является увеличение рабочей апертуры линзы за счет удаления пассивной части в преломляющих элементах и уменьшения поглощения. Приводятся основные соотношения, позволяющие оптимизировать геометрические размеры преломляющих элементов. Изготавливались и изучались линзы из ПММА, никеля и SU-8. Отмечается, что ключевой проблемой при создании таких линз является малая толщина последних зон преломляющих элементов, приводящая к их деформации и даже слипанию соседних секторов линзы. Экспериментально показано, что при геометрической апертуре 2000 мкм, эффективно “работает” апертура не более 400 мкм. Киноформные линзы “сработали” для фокусировки жесткого рентгеновского излучения с энергией квантов 212 кэВ при замене полимера никелем. С помощью такой линзы удалось сфокусировать излучение в линию шириной около 5 мкм. При этом выигрыш в интенсивности составил  $20 \pm 2$ . Как и в случае полимера рабочая апертура не превышает 300 мкм. В целом из-за технологических проблем отмечаются не большие перспективы использования киноформных линз для увеличения акцептанса преломляющей оптики.

**Пятая глава** диссертации изучает новый способ увеличения акцептанса преломляющих линз за счет удаления пассивного материала и перегруппировки преломляющих элементов в виде мозаики. Разработана математическая модель, описывающая прохождение плоских волн через такую систему и позволяющая оптимизировать структуру и состав линзы. Теоретически показано, что мозаичная линза позволяет фокусировать излучение в пятно с диаметром в несколько нанометров. Так же, теоретически показано, что акцептанс полимерных 2-D линз может на три порядка превышать акцептанс линз с непрерывным параболическим профилем. Приводятся экспериментальные результаты по фокусировке мозаичными линзами рентгеновского излучения. В частности, удалось достичь эффективной апертуры линзы  $600 \times 600$  мкм<sup>2</sup>. Для повышения акцептанса линз, предназначенных для фокусировки излучения с энергией квантов более 70 кэВ предлагается комбинированная мозаичная линза использующая преломляющие элементы из пластика (маленькие декремент преломления и поглощение) в средней части линзы и относительно тяжелых материалов (больший

декремент показателя преломления) – на периферии. Обсуждаются дальнейшие шаги, которые позволяют увеличить акцептанс мозаичных линз. Сообщается о новом применении таких линз – монохроматор рентгеновского излучения с полосой пропускания  $\Delta\lambda/\lambda \approx 1\%$ . В целом отмечаются большие перспективы этого типа преломляющих линз.

**В основных результатах работы** формулируются основные результаты диссертационной работы.

Основными результатами выполненных исследований являются:

1. Показано, что метод глубокой рентгенолитографии может быть использован для формирования высококачественных элементов и систем преломляющей рентгеновской оптики.
2. Доказано, что легко структурируемый полимерный материал на базе фоторезиста SU-8 и его аналог резист mrx могут быть предложены не только для отработки формирования модельных элементов рентгеновской оптики, но для формирования последних с целью их многократного использования.
3. На базе планарных полимерных и металлических преломляющих микроструктур разработаны элементы и системы рентгеновской оптики, которые можно объединить по принципу изготовления в один подкласс – «LIG– оптики». К вышеуказанному подклассу можно отнести преломляющие и фазосдвигающие элементы, телескопы, монохроматоры.
4. Проведено теоретическое моделирование рентгенооптических свойств преломляющих элементов и систем планарной рентгеновской LIG-оптики с учётом особенностей их изготовления.
5. Экспериментально проверено, что полимерные планарные линзы и системы линз могут применяться для 1D - и 2D-нанофокусировки рентгеновского излучения, передачи рентгеновских изображений, а также в качестве конденсоров рентгеновского излучения.
6. Установлено, что в области энергий квантов более 100 кэВ преломляющие линзы LIG-оптики имеют значительные перспективы по сравнению с другими видами рентгеновской оптики.
7. Продемонстрирована передача изображения многопольным рентгеновским микроскопом в нескольких полях зрения одновременно с пространственным разрешением в суб-микрометровом диапазоне.
8. Показано, что наибольший акцептанс среди рассмотренных систем ожидается для линз с адиабатическим сужением и мозаичной расстановкой призмоидных преломляющих элементов. В результате, выигрыш в интенсивности в фокусе может достигать величины 107, а размер фокуса до нескольких нанометров.

9. Показано, что фокусирующие планарные преломляющие мозаичные линзы на базе призмоидных микроструктур могут быть использованы для монохроматизации рентгеновского излучения широкого спектра. Для энергии фотонов 16 кэВ достигнуто энергетическое разрешение  $1,8 \sim 10^{-2}$ .

9. В экспериментах по материаловедению с помощью изготовленных элементов LIG-оптики были изучены важные свойства физических объектов, а также достигнуты рекордные значения обнаружительной способности - менее 10 аг.

Текст автореферата не лишен стилистических ошибок:

1. На стр. 4, 4-я строка сверху предложение «..производительность, если технологической, операции.». Понятно, что хочет сказать автор, однако предложение тяжело воспринимается. Предложение будет звучать лучше, если убрать запятые и слово “если”.

2. На стр. 17, предпоследняя строка “..установленный..” – правильно “..установленных..”

3. На стр. 24, подпись к рис. 13, первая строка, лишний предлог “в”.

4. На стр. 29, формулировка 1-го основного результата ..слово “...потенциальный” не корректно, так как оно относится к методу глубокой литографии, а метод не потенциальный, а реальный. Понимая, что хочет сказать автор, слово должно быть заменено на “..потенциально”. В действительности, исходя из текста диссертации ясно, что это слово вообще лишнее. Автор показал, что метод позволяет делать преломляющую оптику не потенциально, а реально.

В качестве замечаний к диссертационной работе можно отметить следующее.

Стилистические ошибки:

1. Стр. 26, 8-я строка сверху, в слове “первичного” – опечатка – 2 пэ.

2. Стр. 32, 6-я и 7-я строки снизу, в слове “меняется” – опечатка, в слове энергия – лишняя буква е.

3. Стр. 56, 11-я строка снизу, в слове “точность” пропущена буква о.

4. Стр. 129, 7-я строка сверху, в слове “суб-полей” пропущена буква эс.

5. Стр. 142, 2-я строка сверху, в слове “рентгеновского” пропущена буква эр.

6. Стр. 171, подпись к рис. 5-4, 2-я строка, в слове “элементов” вместо буквы е - ка.

7. Стр. 171, рис. 5-4, - Ни в подписи, ни в тексте не описаны переменные  $b_i$ , что затрудняет понимание рисунка.

К существенным замечаниям отношу следующее.

1. В разделе степень разработанности темы исследований автор дает краткий, но высококачественный обзор современного состояния преломляющей рентгеновской оптики, обозначает ключевую проблему – низкая апертура линз, указывает на преимущества полимерных материалов в решении этой проблемы, тем самым подводя нас к пониманию актуальности темы диссертации. К сожалению, из обзора выпали бериллиевые линзы, у которых поглощение еще меньше, чем у полимера и так же есть перспективы повышения рабочей апертуры.

2. Ключевым элементом диссертационной работы является процесс рентгеновской литографии. К сожалению, в тексте отсутствует подробное описание рентгенооптической схемы засветки резиста. Практически ничего не говорится о масках, о сканере. Это затрудняет понимание некоторых фрагментов диссертации, например, когда автор пишет об оптимизации процесса сканирования образцом для снижения нагрева резиста.

3. Стр. 130. Автор пишет о телескопе для изучения малоугловой микродифракции сегнетоэлектриков. Автор говорит, что ему удалось сжать рентгеновский пучок с 360 мкм до 10 мкм, обеспечив выигрыш в интенсивности около 10 и угловой разброс 0,5 мкрад. По этой части все понятно, однако в автореферате, стр. 21, в предпоследнем параграфе утверждается, что ...был собран рентгеновский телескоп, посредством которого автору удалось уменьшить расходимость первичного луча СИ до величины менее 0,5 мкрад... Т.е. автор утверждает, что телескоп одновременно уменьшил и размер пучка, и угловую расходимость на выходе. Этот вывод спорен и должен быть разъяснен. Видимо, что-то упущено в описании эксперимента.

Сделанные в отзыве замечания не вносят принципиальных изменений в Положения и Выводы, выносимые автором на защиту.

Представляемая работа прошла серьезную апробацию, ее основные результаты неоднократно докладывались на российских и международных конференциях. По теме диссертационной работы опубликовано 67 научных работ (из них 52 статьи в рекомендованных ВАК журналах и 4 — материалы конференций), имеется 5 – российских и зарубежных патентов.

Автореферат диссертации В.П. Назьмова оформлен в соответствии с требованиями ВАК, написан четким и понятным языком. Он дает достаточно полное представление о содержании диссертации, содержит необходимые формулировки цели и задач исследований, выносимых на защиту положений, научной новизны и практической значимости.

В целом диссертация В.П. Назьмова представляет собой ясную и хорошо оформленную работу. Текст диссертации содержит необходимые иллюстрации и написан ясным и профессиональным языком.

Все это позволяет утверждать, что представленная диссертационная работа В.П. Назьмова является законченным научным исследованием и полностью удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым ВАК к докторским диссертациям по специальности 01.04.01 — приборы и методы экспериментальной физики и критериям, установленным в п.9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней». Автор диссертации, Назьмов Владимир Петрович, заслуживает присуждения учёной степени доктора физико-математических наук.

Доктор физ.-мат. наук,  
заведующий отделом многослойной рентгеновской оптики,  
Институт физики микроструктур РАН  
— филиал Федерального государственного  
бюджетного научного учреждения  
«Федеральный исследовательский центр  
Институт прикладной физики  
Российской академии наук» (ИФМ РАН)  
603087, Нижегородская обл., Кстовский район,  
д. Афонино, ул. Академическая, д.7

*Чхало*

Н.И. Чхало

Подпись Н.И. Чхало заверяю  
Учёный секретарь ИФМ РАН, к.ф.-м.н.



Д.М. Гапонова

E:mail: [chkhalo@ipmras.ru](mailto:chkhalo@ipmras.ru)

Тел: +7 9101094218