

## ОТЗЫВ

официального оппонента кандидата физико-математических наук

**Артюкова Игоря Анатольевича**

на диссертационную работу

**Дарьина Федора Андреевича**

**«Развитие метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования микровключений в различные геологические матрицы»**, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертационная работа Ф.А. Дарьина посвящена разработке методов и приборов рентгеновского флуоресцентного микроанализа (РФА) на основе схемы конфокальной рентгеновской микроскопии (КРМ). Как известно, впервые метод рентгеновской флуоресцентной спектроскопии стал использоваться на практике для анализа химического состава именно минералов и горных пород. Высокая эффективность метода РФА обусловила активное развитие соответствующих методик и приборной базы. В последнее время важность таких разработок ещё больше выросла в связи с появлением источников синхротронного излучения нового поколения. Необходимо отметить также насущную необходимость развития отечественного научного и промышленного приборостроения. Очевидно, что тема диссертации Ф. А. Дарьина является **актуальной** и своевременной.

Автору диссертации удалось создать экспериментальную установку для РФА с высоким пространственным разрешением (до 10 мкм), что позволяет говорить о ней как о сканирующем рентгеновском флуоресцентном микроскопе, а использование схемы конфокального сканирования расширяет его возможности до трехмерной визуализации структуры и химического состава исследуемых образцов. Необходимо отметить **оригинальность** технических решений автора, таких как использование режима оптической «расстройки» и гибкость конфигураций микроскопа для оптимизации исследования различных объектов. С другой стороны, унифицированная конструкция модуля КРМ позволяет

сравнительно легко переносить его на рабочие станции различных синхротронных источников. В диссертации представлен целый ряд интересных **новых научных результатов**, полученных при использовании созданного модуля КРМ. Например, при исследовании элементного состава донных отложений удалось получить новую информацию о погодноклиматических и сейсмических условиях в Центрально-Азиатском регионе с 600 г.

**Достоверность и обоснованность** положений и полученных результатов диссертации основывается на успешной апробации разработанных методик и модуля КРМ на нескольких экспериментальных станциях источников синхротронного излучения КИСИ-Курчатов и ВЭПП-3 и исследовании различных тест-объектов и образцов. Результаты представленных в диссертации экспериментов были опубликованы в 26 научных работах, обсуждались на многочисленных всероссийских и международных научных конференциях.

**Практическая ценность** полученных Ф. А. Дарьиным результатов несомненна. Создан новый прибор для рентгеновской спектромикроскопии, который является востребованным не только в геологии, но и при разработке новых материалов, в биологии и медицине, исследовании объектов культурного наследия. Уже на первых этапах работы модуля КРМ к нему был проявлен интерес со стороны нескольких институтов РАН. Найденные технические и конструкционные решения могут быть в дальнейшем использованы при строительстве рабочих станций ЦКП «СКИФ» и других рентгеновских источников нового поколения. Следует отметить также, что по теме диссертации была успешно аттестована новая методика измерений «Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12-26 кэВ на основе поликапиллярной оптики».

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы и приложения А. Общий объем работы 141 страница, из них 111



страниц текста, включая 73 рисунка и 6 таблиц. Библиография включает 101 наименование.

Структура диссертация логически обоснована, текст иллюстрирован необходимым количеством графиков и рисунков.

**Во введении** показаны актуальность темы, цель, задачи, научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, сформулированы научные положения, выносимые на защиту, указан личный вклад автора.

**В первой главе** представлен обзор основных методов, используемых для элементного анализа материалов. Главное внимание уделено методу рентгеновского флуоресцентного анализа (РФА) и его реализации в экспериментальных станциях мировых синхротронных центров. Показано, что использование конфокальной рентгеновской флуоресцентной микроскопии позволяет решать задачи локального микроанализа и составления двумерных и трёхмерных карт распределения химических элементов. В этой же главе проведён сравнительный анализ различных типов рентгеновской оптики, применяемой для фокусировки излучения.

**Вторая глава** посвящена разработке и тестированию модуля «конфокальный рентгеновский микроскоп» (КРМ), предназначенного для работы с использованием синхротронного излучения. Представлены важные аспекты, связанные с выбором поликапиллярной оптики в качестве рентгенооптической системы микроскопа, а также её юстировкой и тестированием. В главе подробно описана конструкция микромеханических систем юстировки оптических элементов и позиционирования образца. Отмечено, что в результате диссертационной работы была создана и аттестована соответствующая методика измерений.

Изготовленный модуль КРМ был установлен на канал синхротронного излучения и интегрирован в компьютерную систему управления станции

«Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ» накопителя ВЭПП-3. Кроме этого, этот прибор прошел успешную апробацию на станциях «РКФМ» и «РТ-МТ» Курчатовского центра синхротронного излучения «КИСИ» в НИЦ «Курчатовский институт».

В ходе экспериментов по измерению интенсивности флуоресценции от тонкой вольфрамовой проволоки была определена пространственная аппаратная функция разработанного рентгеновского флуоресцентного микроскопа. Кроме этого, в главе описывается ряд экспериментов с использованием специально изготовленных тест-объектов для демонстрации эффективности КРМ, продемонстрирована возможность комплексного рентгеноспектрального анализа объектов с применением нескольких методов, таких как локальная XAFS-спектроскопия.

В третьей главе описываются основные рабочие режимы разработанного модуля КРМ. Показано, что использование одно-, двухлинзовой конфигурации и режима «расстройки» позволяет относительно легко адаптировать этот рентгенооптический прибор по параметрам «пространственное разрешение – время измерения» для решения конкретной задачи. В этой главе представлена новая экспериментальная методика «конфокальная микроскопия с расстройкой», позволяющей изменять размер фокусного пятна или конфокальный объем (для конфокальной схемы) на образце путем перемещения поликапиллярных линз. Также определены протоколы РФА-исследований, которые позволяют наиболее эффективно использовать машинное время синхротронного источника для обнаружения и исследования микрочастиц в образцах большого размера.

В четвертой главе представлены результаты успешного использования разработанных методик измерения и модуля КРМ для исследования различных геологических образцов. Так, был определен послойный элементный состав донных отложений для палеоклиматической реконструкции климата, состав рудных образцов был исследован с целью



поиска металлов платиновой группы, был выполнен элементный анализ уникальных объектов – образцов метеоритного вещества. Можно утверждать, что описанные в главе примеры являются только первыми применениями разработанного модуля КРМ, которые в дальнейшем получат дальнейшее развитие и в других областях науки и технологии.

**В заключении** представлены основные результаты работы и даны рекомендации для последующей разработки темы. Здесь необходимо отметить, что описываемый прибор имеет хорошие перспективы для дальнейшего улучшения, в том числе и с точки зрения параметров пространственного разрешения

**В приложении А** содержатся документы, свидетельствующие об аттестации методики измерений «Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12-26 кэВ на основе поликапиллярной оптики» (аттестат № 391-RA.RU.311735-2018 от 18.07.2018).

Содержание диссертационной работы полностью соответствует **паспорту научной специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики** «Изучение физических явлений и процессов, которые могут быть использованы для создания принципиально новых приборов и методов экспериментальной физики», «Разработка и создание научной аппаратуры и приборов для экспериментальных исследований в различных областях физики» и «Разработка и создание экспериментальных установок для проведения экспериментальных исследований в различных областях физики» ( п.1, п.3, п.6 паспорта специальности)

По материалам диссертации опубликовано 26 работ в рецензируемых журналах и сборниках трудов конференций. Основные результаты диссертации представлены в девяти публикациях, из них восемь в научных изданиях, рекомендуемых ВАК при Минобрнауки России. Материалы

диссертации представлены на 14 российских и международных научных мероприятиях (школах, конференциях).

Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации.

Несмотря на однозначно положительное впечатление от диссертационной работы Ф. А. Дарьина считаю необходимым сделать следующие замечания:

1. В обзоре экспериментальных станций в главе 1 было бы полезным указывать после названий каналов и комплексов синхротронного излучения их географическое положение (город и страну) там, где это непонятно из контекста.
2. Необходимо отметить неточное обозначение переменной  $\delta$  в (1.2) как «коэффициент рассеяния», хотя обычно его называют «декремент показателя преломления».
3. Хотя Таблица 1.3, в общем, правильно отражает сравнительные характеристики различных типов рентгеновской оптики, некоторые параметры указаны неточно. Например, рабочий спектральный диапазон дифракционной оптики начинается от мягкого рентгеновского излучения ( $\sim 0,5$  кэВ), а не от 8 кэВ.
4. В выражении (2.2) необходимо более аккуратно использовать оператор свёртки функций.
5. В результатах главы 2 указано, что определены «оптимальные параметры поликапиллярных линз», но из текста главы непонятны критерии оптимизации.
6. При разработке протокола исследований представляется целесообразным обратиться также и к международным стандартам РФА, например протоколу МАГАТЭ № IAEA-TECDOC-950 «Sampling, storage and sample preparation procedures for X-ray fluorescence analysis of environmental materials».



7. Следует отметить, что в связи с высокой чувствительностью метода РФА необходимо особенное внимание уделять процедуре приготовления образцов, включая процессы химической фиксации, и использованию подложек. Особенно это важно при приготовлении тонких образцов. С моей точки зрения, часть приведённых в диссертации измерений спектра РФА можно рассматривать только качественно и в сравнительных оценках (относительных коэффициентах).
8. Использование в главе 3 линейных размеров для обозначения «конфокального объёма» неудачно. Следует использовать единицы измерения объёма, например,  $\text{мкм}^3$ . Это также относится и к другим главам, где автор иногда забывает использовать  $\text{мкм}^2$  или  $\text{мкм}^3$  при обозначении площади и объёма/размеров.
9. Вопросы использования разработанной схемы КРМ для рентгеновской томографии и дифрактометрии требует дополнительного обсуждения. Сама КРМ, как известно, является методом трёхмерной визуализации без необходимости использовать томографические реконструкции, а точная дифрактометрия требует хорошо коллимированный рентгеновский пучок с угловой расходимостью  $< 1$  мрад.
10. При исследовании тонких образцов Сихотэ-Алиньского метеорита не указана их толщина.
11. В диссертации не обсуждается возможность использования созданного модуля КРМ для измерений под разными скользящими углами падения (метод GXRF). Было бы полезным узнать мнение автора по этому поводу.

Однако, как уже было сказано выше, данные замечания не влияют на общую высокую оценку диссертационной работы.

Диссертационная работа Ф.А. Дарьина «Развитие метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования микровключений в различные

геологические матрицы» полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики.

Я, Артюков Игорь Анатольевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Дарьина Федора Андреевича, и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент:

Артюков Игорь Анатольевич

кандидат физико-математических наук (01.04.05 - Оптика),

И.о. заведующего лабораторией рентгеновской оптики отделения квантовой радиофизики ФИАН,

высококвалифицированный ведущий научный сотрудник,

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физический институт им. П. Н. Лебедева Российской академии наук (ФИАН)

адрес: 119991 ГСП-1 Москва, Ленинский проспект, д.53

тел: +7 (499) 132-65-22

эл. почта: artyukovia@lebedev.ru

«20» февраля 2023 г.



Артюков Игорь Анатольевич

Подпись И.А. Артюкова заверяю

Ученый секретарь ФИАН



Колобов Андрей Владимирович