



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

Политехническая ул., 26, С.-Петербург, 194021

Телефон: (812) 297-2245 Факс: (812) 297-1017

post@mail.ioffe.ru http://www.ioffe.ru



«УТВЕРЖДАЮ»

Зам. директора

ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН Лебедев А.Д.

«14» августа 2015

ОТЗЫВ

ведущей организации о диссертации Марии Геннадьевны Снигиревой «Низкотемпературный ближнепольный оптический микроскоп», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

Диссертация Марии Геннадьевны Снигиревой посвящена созданию низкотемпературного ближнепольного оптического микроскопа (СБОМ). Актуальность темы определяется широкой областью применения методики СБОМ, и уникальной возможностью получения АСМ (атомно-силовая микроскопия) и СБОМ изображений в диапазоне температур 1.8-300 К.

Основной целью диссертации является разработка и изготовление низкотемпературного сканирующего ближнепольного оптического микроскопа (СБОМ) для изучения наноструктур в расширенном диапазоне температур 1.8 – 300 К. А также разработка методики и апробация низкотемпературного СБОМ для изучения широкого класса объектов, в том числе для изучения образцов, в которых низкий квантовый выход фотолюминесценции при комнатной температуре не позволяет получить их оптическое изображение.

Первая глава диссертации посвящена литературному обзору. Представлена историческая справка о развитии зондовых микроскопов, в частности оптических ближнепольных. Подробно рассмотрены отдельные составляющие микроскопов и их возможные модификации. Приведены основные параметры функ-

ционирования известных из литературы низкотемпературных СБОМ, проведен анализ предложенных методик подвода зонда и форм управляющего напряжения. Сделаны выводы о наиболее оптимальных способах управления z-подвижкой прибора.

Во второй главе подробно описан разработанный низкотемпературный СБОМ. Особое внимание уделено проблеме оптимизации z-подвижки прибора. Данное устройство при минимальных размерах обеспечивает максимально быстрый и стабильный подвод зонда к образцу во всем диапазоне функционирования прибора – 1.8 – 300 К. Проведен сравнительный анализ зависимости скорости подвода зонда от основных параметров функционирования системы. Выбраны оптимальные формы импульса управляющего напряжения z-подвижки. Также подробно описано устройство пьезоэлектрического сканера и оптической систем регистрации вторично излученного света.

В третьей главе изложена разработанная методика получения АСМ и СБОМ изображений в низкотемпературном сканирующем ближнепольном оптическом микроскопе. Приведена методика прикрепления зонда к датчику положения, а также последовательность установки зонда, образца, промежуточных измерений и юстировки оптической части микроскопа. Описана последовательность подготовки и проведения низкотемпературных измерений. Возможности микроскопа проиллюстрированы с помощью тестовых изображений, где в качестве образцов были использованы решетка алюминий на кварцевом стекле, с периодом 8 мкм и решетка из кремния TGZ-2 (NT-MDT, Зеленоград) с периодом 3 мкм. С помощью этих измерений была произведена калибровка ху-сканера микроскопа в интервале температур 5-295 К. Калибровка заключалась в сопоставлении приборных единиц с реальными размерами объекта.

В четвертой главе предложена апробация низкотемпературного СБОМ на образцах J-агрегатов карбоцианиновых красителей двух видов. Обобщены экспериментальные результаты по образцам красителя АЦК (3,3'-ди(γ-сульфопропил)-5,5',6,6'-тетрахлоро-1,1'-диоктил-бензимидакарбоцианина), полученные методами АСМ с высоким разрешением и СБОМ. Экспериментально

подтверждено, что на используемых образцах J-агрегатов АЦК наблюдались фибриллы исключительно ленточной морфологии. Предложена модель, в которой субфибриллы J-агрегатов АЦК представляют собой сдвоенные ряды молекул красителя с укладкой J-агрегатов типа «стремьянка». На образцах J-агрегатов красителя натриевой соли 3,3'-ди-(γ-сульфопропил)-5,5'-дифенил-9-этил-оксакарбоцианинбетаина (далее - 3845) достигнуто разрешение АСМ-моды низкотемпературного СБОМ по оси z, составляющее 3 ± 1 (нм), что соответствует уровню лучших мировых стандартов. Также изучена зависимость интегральной интенсивности сигнала флуоресценции толстой пленки J-агрегатов от температуры.

В работе автором получены следующие результаты:

1. Впервые разработан и изготовлен низкотемпературный сканирующий ближнепольный оптический микроскоп (СБОМ) для изучения образцов в расширенном интервале температур 1.8-300 К. Показано, что разрешение АСМ-моды данного прибора по оси z составляет (3 ± 1) нм, что находится на уровне лучших мировых стандартов.
2. Методами АСМ и СБОМ изучены образцы J-агрегатов карбоцианинового красителя АЦК. Благодаря проведенным измерениям удалось предложить его наиболее вероятную морфологическую структуру.
3. Впервые экспериментально изучена зависимость сигнала фотолюминесценции пленки J-агрегатов карбоцианинового красителя 3845 от температуры.

В диссертации можно отметить следующие недостатки:

1. Во второй главе указано, что конструкция изготовленной z-подвижки низкотемпературного СБОМ должна демонстрировать постоянную скорость подвода зонда к образцу при заданной температуре, и обеспечивать удобство смены зонда. Достигнутое постоянство скорости не было продемонстрировано в работе. Приведенная в главе 3 методика установки зонда ставит под сомнение удобство данной операции для пользователя микроскопа.

2. Методика калибровки СБОМ как наноскопического прибора по микроскопической алюминиевой решетке с периодом 8 мкм вызывает серьезные сомнения, т.к. не дает информации о точности ху-сканера микроскопа в интервале наноразмеров. Кроме того, отсутствуют данные калибровки в диапазоне температур 162 - 295 К.
3. Не продемонстрирована работа созданного СБОМ в расширенном интервале температур 1,8-5К, хотя возможности криогенной установки позволяли это сделать.
4. Недостаточно подробно описана программа, управляющая работой СБОМ. Указано, что детали работы программы можно узнать в инструкции программы «USCOPE», которая недоступна читателю диссертации. Следовало бы привести эту инструкцию в приложении к диссертации с согласия авторов программы.

Отмеченные недостатки не снижают общей ценности проведенных М. Г. Снигиревой исследований, а скорее указывают на дальнейший вектор работ. Представленные в диссертации результаты безусловно обладают научной новизной и практической значимостью. Оценивая работу в целом, можно заключить, что диссертация М. Г. Снигиревой представляет собой законченную научную работу. Диссертация удовлетворяет требованиям ВАК, предъявляемым к работам на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, автореферат правильно и полностью отражает содержание диссертации, а её автор, Мария Геннадьевна Снигирева, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

Материалы диссертации были заслушаны на семинаре лаборатории Микроволновой спектроскопии кристаллов.

Зав. Лаб., д.ф-м.н., проф.



П.Г. Баранов

С.н.с., к.ф-м.н.



А.Г. Бадаев

Список основных публикаций лаборатории Микроволновой спектроскопии
кристаллов ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН
по тематике, близкой к теме диссертации М.Г. Снигиревой «Низкотемпературный
сканирующий ближнепольный оптический микроскоп» за последние 5 лет.

1. *Точечные дефекты в карбиде кремния как перспективная основа для спектроскопии одиночных дефектов с контролируруемыми квантовыми состояниями при комнатной температуре*, В.А. Солтамов, Д.О. Толмачев, И.В. Ильин, Г.В. Астахов, В.В. Дьяконов, А.А. Солтамова, П.Г. Баранов. // *ФТТ* 57, вып. 5, 877-885 (2015); *Phys. Solid State* 57, 5, 891-899 (2015).
2. *Методы диагностики ориентации NV дефектной структуры в алмазе на основе оптического детектирования магнитного резонанса с модуляцией магнитного поля*, Р.А. Бабунц, М.В. Музафарова, А.Н. Анисимов, В.А. Солтамов, П.Г. Баранов. // *Письма ЖТФ* 41, вып. 12, 40-47 (2015).
3. *Люминесценция монокристаллов титогаллата свинца, активированных ионами церия*, Г.Р. Асатрян, В.В. Бадиков, А.Б. Кулинкин, С.П. Феофилов. // *ФТТ* 57, вып. 1, 101-105 (2015); *Phys. Solid State* 57, 1, 106-110 (2015).
4. *Пространственно-контролируемый рост одиночных квантовых точек InP*, А.С. Власов, А.М. Минтаиров, Н.А. Калужный, С.А. Минтаиров, А.И. Денисюк, Р.А. Бабунц. // *ФТП* 49, вып. 8, 1120-1123 (2015).
5. *Joint EPR and ODMR study of Ce^{3+} optical emitters in yttrium aluminium garnet*, A.S. Gurin, D.D. Kramushchenko, Yu.A. Uspenskaya, G.R. Asatryan, A.G. Petrosyan, D.O. Tolmachev, N.G. Romanov, P.G. Baranov. // *Journal of Physics: Conference Series* 7 (2015).
6. *Magnetic field and temperature sensing with atomic-scale spin defects in silicon carbide*, H. Kraus, V. A. Soltamov, F. Fuchs, D. Simin, A. Sperlich, P. G. Baranov, G. V. Astakhov and V. Dyakonov. // *Sci. Rep.* 4, 5303 (2014).
7. *Room-temperature near-infrared silicon carbide nanocrystalline emitters based on optically aligned spin defects*, A. Muzha, F. Fuchs, N.V. Tarakina, D. Simin, M. Trupke, V.A. Soltamov, E.N. Mokhov, P.G. Baranov, V. Dyakonov, A. Krueger, G.V. Astakhov. // *Applied Physics Letters* 105, 243112 (2014).
8. *Defects in Nanodiamonds: Application of High-Frequency cw and Pulse EPR, ODMR*, B.V. Yavkin, V.A. Soltamov, R.A. Babunts, A.N. Anisimov, P.G. Baranov, F.M. Shakhov, S.V. Kidalov, A.Y. Vul', G.V. Mamin, S.B. Orlinskii. // *Appl. Magn. Reson.* 45, 10, 1035-1049 (2014).
9. *Electron paramagnetic resonance based spectroscopic techniques*, P.G. Baranov, N.G. Romanov, C. de Mello Donega, S.B. Orlinskii, J. Schmidt, in: *NANOPARTICLES: Workhorses of Nanoscience*, 257-272 (2014).
10. *Point defects in SiC as a promising basis for single-defect, single-photon spectroscopy with room temperature controllable quantum states*, P.G. Baranov, V.A. Soltamov, A.A. Soltamova, G.V. Astakhov, V.V. Dyakonov, in: *SILICON CARBIDE AND RELATED MATERIALS*, *Mater. Sci. Forum* 740-742, 425-430 (2013).
11. *EPR and ODMR defect control in AlN bulk crystals*, V.A. Soltamov, I.V. Ilyin, A.S. Gurin, D.O. Tolmachev, N.G. Romanov, E.N. Mokhov, G.V. Mamin, S.B. Orlinskii, P.G. Baranov. // *Phys. Status Solidi C* 10, 449-452 (2013).
12. *Silicon carbide light-emitting diode as a prospective room temperature source for single photons*, F. Fuchs, V.A. Soltamov, S. Vath, P.G. Baranov, E.N. Mokhov, G.V. Astakhov, V.V. Dyakonov. // *Sci. Rep.* 3, № 1637 (2013).
13. *Shallow Donors and Deep-Level Color Centers in Bulk AlN Crystals: EPR, ENDOR, ODMR and Optical Studies*, V.A. Soltamov, I.V. Ilyin, A.A. Soltamova, D.O.

- Tolmachev, N.G. Romanov, A.S. Gurin, V.A. Khramtsov, E.N. Mokhov, Y.N. Makarov, G.V. Mamin, S.B. Orlinskii, P.G. Baranov. // *Appl. Magn. Reson.* 44, 1139-1165 (2013).
14. *High-frequency EPR, ESE, and ENDOR spectroscopy of Co- and Mn-doped ZnO quantum dots*, P.G. Baranov, S.B. Orlinskii, C. de Mello Donega, J. Schmidt. // *Phys. Status Solidi B* (2013).
 15. *ODMR study of ZnO single crystals containing iron impurity ions*, A. S. Gurin, N.G. Romanov, D.O. Tolmachev, P.G. Baranov, C. Morhain. // *Journal of Physics: Conference Series* 461 012032 (2013).
 16. *Room Temperature High-Field Spin Dynamics of NV Defects in Sintered Diamonds*, B.V. Yavkin, G.V. Mamin, S.B. Orlinskii, S.V. Kidalov, F.M. Shakhov, A.Yu. Vul', A.A. Soltamova, V.A. Soltamov, P.G. Baranov. // *Appl. Magn. Reson.* 44, 1235-1244 (2013).