Відгук

офіційного опонента на дисертаційну роботу
Лалаянца Олександра Івановича "Отримання сцинтиляційних кристалів селеніду цинку для сучасних томографічних систем та кріогенних детекторів" представленої до захисту на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство

Актуальність теми дисертації.

Робота Лалаянца О.І. присвячена створенню нових складів сцинтиляторів для сучасних рентгенівських детекторів для комп'ютерної томографії та розробці технологічних засад отримання сцинтиляційних кристалів селеніду цинку з поліпшеними параметрами швидкодії і однорідності люмінесцентного сигналу для сучасних детектуючих систем рентгенівських томографів та низькофонових сцинтиляційних болометрів для кріогенних спектрометрів. Тому дисертація є актуальною як в науковому, так і в прикладному плані. Про актуальність теми свідчать тематичні плани науково-дослідних робіт Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України в рамках держбюджетних тем та тем за замовленням, серед яких найбільш актуальними є : «Створення оксидних та халькогенідних композитних сцинтиляторів для високочутливих двохенергетичних детекторів багатозрізової комп'ютерної томографії» («Томограф-2», 2013-2015 р.р. 0113U001832), «Встановлення і дослідження механізмів ефективного управління радіолюмінесценцією кристалів і нанокристалів оксидів Me*MeO4, LiMeO4: (Me*-Zn, Mg; Me-W, Mo) та халькогенідів Zn(Se, Te, S) (шифр «Прометей», 2017-2019р.р. № держреєстрації 0117U001287), «Створення високоефективних сцинтиляційних неорганічних матеріалів для новітніх систем низькофонової ядерної спектрометрії та медичної діагностики» (Шифр «Сфалерит», 2019-2021 р.р. № держреєстрації 0119U100764). При виконанні цих тем шляхом наукового пошуку та експериментів визначено як найбільш оптимальний за сцинтиляційними параметрами напівпровідниковий кристал ZnSe(Al). Дисертантом проведено систематичне дослідження процесів його отримання для швидкодіючих комп'ютерних томографів а, також, розроблено технологічні засади отримання сцинтиляційних болометричних елементів для кріогенних спектрометрів на основі кристалів селеніду цинку, ізотопно збагачених ^{82}Se.

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертаційній роботі Лалаянца О.І., є достатньо високою**.** Вони базуються на аналізі наукових джерел за темою роботи, правильній постановці мети та завдань досліджень, критичному аналізі отриманих результатів досліджень і чіткому формулюванні висновків роботи. Дисертація написана з використанням фахової термінології, характеризується цілісністю і смисловою завершеністю її розділів. При виконанні роботи використовувалось сучасне наукове обладнання і методи досліджень. Наведені у другому розділі «Методи отримання та дослідження параметрів сцинтиляційних кристалів селеніду цинку» представлено опис методик досліджень

теплових полів в ростовій печі, рентгеноструктурного аналізу, та визначення домішкового складу сировини і кристалів, оптичних і сцинтиляційних властивостей кристалів. Для комплексного дослідження використано: математичне моделювання, спектрально-хімічний аналіз, спектрофотометрія, оптичні, люмінесцентні, спектроскопічні, а також електронну мікроскопію. Це дозволило керувати дефектною структурою кристалів ZnSe за рахунок введення різних легуючих елементів та формувати потрійні дефектні комплекси (D+Zn-Vzn2--Zni*). Зокрема, високоефективні центри випромінювальної рекомбінації формує введення в кристали ZnSe алюмінію. Тому для комп'ютерної томографії використовували ZnSe(Al).

З тексту дисертації видно, що автор кваліфіковано застосовував різноманітні сучасні методи дослідження сцинтиляційних кристалів селеніду цинку, оптимізував хімічний склад, умови отримання шихти для вирощування кристалів, методики вирощування та термообробки кристалів селеніду цинку з метою отримання матеріалів із заданими функціональними параметрами. Дослідження виконано на сучасному науково-технічному рівні, а отримані зразки сцинтиляційних кристалів проходили тестування в закордонних лабораторіях, про що свідчать спільні наукові публікації. Це є підтвердженням достовірності та новизни отриманих результатів досліджень.

Найбільш вагомими пунктами наукової новизни є такі:

1. Встановлено, що при концентрації донорної домішки алюмінію в діапазоні 0,001-0,005 % ат. в кристалах ZnSe(Al) можуть бути досягнуті параметри неоднорідності сцинтиляційного сигналу не більше, ніж 3% при рівні післясвітіння 0,005 % через 3 мс після дії рентгенівського імпульсу.
2. Показано, що відпал кристалів ZnSe(Al) в парах цинку при температурі 980 ºС та охолодженні зі швидкістю 800 градусів на годину призводить до зменшення концентрації власних точкових дефектів, що утворюють пастки носіїв зарядів, та покращує рівень післясвітіння до 0,005% через 3 мс після дії рентгенівського імпульсу.
3. Показана можливість отримання кріогенних сцинтиляторів на основі кристалів $Zn^{82}Se$ з поліпшеними сцинтиляційними параметрами шляхом цілеспрямованого легування шихти радіаційно чистим алюмінієм з ефектом генерації вакансій цинку в кристалах на рівні 10 ppm. Це обумовило формування центрів локалізаціїї екситонів, які забепечують високу сцинтиляційну ефективність та швидкодію при задовільних параметрах фононного сигналу.

Останній пункт новизни стосується створення низькофонового кріогенного багатоелементного детектора на основі кристалів селеніду цинку збагачених природним ізотопом ^{82}Se для спекрометричних експериментів з реєстрації безнейтринного подвійного бета розпаду (п'ятий розділ).

Щоб забезпечити високі сцинтиляційні параметри і структурну досконаліть вирощених кристалів $Zn^{82}Se$ при розробці технології головна увага приділялась питанням високої хімічної інертності і радіаційній чистоті конструкційних матеріалів, високому виходу цільових продуктів. Зокрема, було розроблено метод синтезу $Zn^{82}Se$ з елементів та

оригінальна методика і установка очищення синтезованого матеріалу від надстехіометричних компонентів та оксидних домішок.

Серед найбільш важливих практичних результатів можу відзначити наступне:

1. Розроблено принципово новий метод підготовки шихти для вирощування сцинтиляційних кристалів ZnSe(Al) з похибкою концентрації алюмінію в шихті не більше 5 %. Цей метод дозволив спростити та здешевити процес отримання шихти за рахунок відмови від використання обробки шихти у водні та поєднання процесу синтезу шихти з процесом вирощування сцинтиляційних кристалів.
2. Оптимізовано умови отримання сцинтиляційних кристалів для застосування в сучасних комп'ютерних томографах. За результатами компьютерного моделювання теплових полів ростової печі за різних умов проведення вирощування та різних конструкцій теплових вузлів і ростових тиглів удосконалено конструкцію 2-х зонної ростової печі з можливістю відпалу вирощених кристалів в низькоградієнтній зоні, що зменшило вірогідність розтріскування кристалічних буль на 20 % порівняно з однозонною піччю.
3. Розроблено принципово новий метод вирощування кристалів ZnSe з використанням спливаючого в розплаві ZnSe графітового диску. Це дозволило на 30% зменшити радіальний градієнт фронту кристалізації при вирощуванні кристалів ZnSe діаметром до 50 мм та збільшити вихід придатних до використання сцинтиляторів на 25 % відносно традиційного методу вирощування.
4. Запропоновано новий спосіб термічної обробки кристалів ZnSe(Al) в багаторазовому графітовому контейнері особливої конструкції. Це дало можливість відмовитись від використання одноразових кварцових ампул та досягти суттєвого поліпшення однорідності їх світлового виходу та рівня післясвітіння.
5. Розроблено метод газофазного синтезу особливо чистого $Zn^{82}Se$ з елементарних компонентів для кріогенних низькофонових сцинтиляційних болометрів, що дозволило отримати кристали з рекордно низьким вмістом радіоактивних та кисеньвмісних домішок. Двохстадійне проведення синтезу в інертному газі та в протоці водню дозволило досягти 100 % виходу цільового продукту стехіометричного складу. Запропоновано та реалізовано при виконанні контракту технологічну схему виготовлення болометричних сцинтиляторів на основі кристалів ZnSe збагачених природним ізотопом ^{82}Se. Це дозволило виготовити на замовлення 24 сцинтиляційних болометричних елементи $Zn^{82}Se$ діаметром 48 мм і довжиною 50 мм для подальшого їх тестування в експерименті CUPID в підземній лабораторії Гран Сассо (Італія).

Слід також відзначити комплексний підхід до вивчення легування донорними катіонними домішками на особливості люмінесценції кристалів селеніду цинку. Це дозволило вирішити актуальну задачу – розробити нові склади сцинтиляторів, що задовольняють сучасним вимогам. Для цього дисертант розробив нові методики отримання ростової шихти, а також вирощував кристали та проводив післяростову обробку кристалів в контрольованому газовому середовищі.

Результати досліджень та наукові положення дисертації повно представлені в 6 публікаціях у фахових виданнях, захищені 5 патентами на винахід, а також обговорювались на 6 Міжнародних конференціях. Все це підтверджує обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій дисертаційної роботи.

Повнота викладу результатів досліджень в опублікованих працях.

Результати наукових досліджень опубліковані у 18 наукових працях, у тому числі: 6 статей в реферованих виданнях, 6 патентів на винахід та 6 тез доповідей на наукових конференціях. Кожен розділ дисертації має посилання на наукові публікації автора. Зміст автореферату є ідентичним до основних положень дисертації і стисло, але повністю відображає результати проведених досліджень та їх наукове обґрунтування. Дисертація та автореферат загалом оформлені відповідно до вимог МОН України.

Загальна характеристика роботи.

Дисертаційна робота є завершеною працею, в якій відображено вирішення поставленої мети роботи: розробки технологічних засад отримання сцинтиляційних кристалів селеніду цинку з поліпшеними параметрами швидкодії та однорідності люмінесцентного сигналу для сучасних детектуючих систем рентгенівських томографів та низькофонових сцинтиляційних болометрів для кріогенних спектрометрів.

Повнота опублікованих результатів дисертації. Основні положення дисертації опубліковані у 18 наукових працях, серед них 6 статей у фахових наукових журналах, 6 тез доповідей на вітчизняних та міжнародних наукових конференціях, а також 6 патентів України. За структурою, обсягом і оформленням дисертація і автореферат відповідають вимогам, що ставляться до дисертацій на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук. Якість оформлення автореферату та дисертації висока. Обсяг, кількість і джерела публікацій, в основному, відповідають діючим вимогам до кандидатських дисертацій. Матеріали, які викладені у відповідних розділах автореферату, дають повне й цілісне уявлення про дисертацію, та у повній мірі розкривають її зміст. Зміст автореферату відображає основні результати, положення, рекомендації й підсумкові висновки і повністю відповідає змісту дисертаційної роботи. Автореферат оформлений відповідним чином.

Дисертаційна робота Лалаянца О.І. не вільна від недоліків. Зокрема:

1. Не вказано просторовий розкид неоднорідностей сцинтиляторів та його вплив на просторову роздільну здатність детекторів.
2. На рисунках 3.1-3.4, 3.12-3.15, 4.11, 4,15, 5.15 не вказано похибки вимірювання.
3. У тексті дисертації та автореферату були допущені деякі поодинокі граматичні та стилістичні помилки.

В розділі 4 дисертації вказано, що “при концентрації донорної домішки алюмінію 0,001-0,005 % ат. в кристалах ZnSe можуть бути досягнуті параметри неоднорідності сцинтиляційного сигналу не більше, ніж 3% при рівні післясвітіння 0,005 % через 3 мс після дії рентгенівського імпульсу”.

Питання: Однак в дисертації це не вказано що буде, якщо концентрація алюмінію буде вище або нижче вказаного оптимуму.

Проте зазначені зауваження не знижують наукову та практичну цінність проведених досліджень, не піддають сумніву основні наукові результати і не впливають на загальну позитивну оцінку роботи.

На основі вищевикладеного вважаю, що за актуальністю, новизною, рівнем і достовірністю отриманих наукових результатів та їх практичною значущістю дисертаційна робота Лалаянца О.І. **«Отримання сцинтиляційних кристалів селеніду цинку для сучасних томографічних систем та кріогенних детекторів»** є завершеною науковою працею, яка містить нові, науково обґрунтовані результати, що були опубліковані у достатній кількості наукових праць, в повній мірі відповідає вимогам п.п. 9, 11, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24 липня 2013 р. №567, а здобувач **Лалаянц Олександр Іванович** заслуговує присудження йому наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство.

Офіційний опонент:
доктор технічних наук, професор,
професор кафедри фізики
Національного аерокосмічного університету
ім. М. Є. Жуковського
«Харківський авіаційний інститут» Мігаль В. П.

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ НАЦІОНАЛЬНИЙ АЕРОКОСМІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ім. М.Є. ЖУКОВСЬКОГО "ХАРКІВСЬКИЙ АВІАЦІЙНИЙ ІНСТИТУТ" №02066769

ЗАВІРЯЮ
Учений секретар ХАІ
Чмихун С.Є.