

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.136.01 (Д 002.100.02), СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТА ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА ИМ. Ю.А. ОСИПЬЯНА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело №

решение диссертационного совета от 21.12.2021г. №40

О присуждении Дружинину Александру Владимировичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Термическая стабильность многослойных структур на основе чередующихся наноразмерных слоев меди и вольфрама» по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния принята к защите 18.11.2021 г. (протокол заседания № 36) диссертационным советом 24.1.136.01 (Д 002.100.02), созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук (г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432, Россия) на основании приказа Минобрнауки от 17.10.2019 г. № 965/нк.

Соискатель Дружинин Александр Владимирович, 04.05.1994 г. рождения, в 2021 г. окончил аспирантуру Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» на кафедре физической химии по направлению подготовки 03.06.01 – физика и астрономия по профилю 01.04.07 – физика конденсированного состояния. Диплом об окончании аспирантуры выдан в 2021 г. в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и присвоена квалификация «Исследователь. Преподаватель-исследователь». Работает младшим научным сотрудником Лаборатории поверхностей раздела в металлах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна Российской академии наук.

Диссертация выполнена на кафедре физической химии Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»).

Научного консультанта нет.

**Научный руководитель:**

Страумал Борис Борисович (доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, профессор кафедры физической химии Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», заведующий Лабораторией поверхностей раздела в металлах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипяна Российской академии наук, директор Федерального государственного бюджетного учреждения науки Научный центр Российской академии наук в Черноголовке).

**Официальные оппоненты:**

1. Найденкин Евгений Владимирович (доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий лабораторией физического материаловедения).
2. Орлова Татьяна Сергеевна (доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, отделение физики твердого тела, лаборатория физики профилированных кристаллов, старший научный сотрудник).

**На диссертацию поступили только положительные отзывы.** Официальные оппоненты высказали ряд замечаний, касающихся экспериментальных методов исследования, особенностей изготовления многослойных структур, теоретического обоснования и корректности рассчитанных величин, оформления текста диссертационной работы. При этом оппоненты отмечают, что высказанные замечания не снижают общей высокой положительной оценки диссертационной работы. Оба оппонента заключают, что диссертационная работа Дружинина А.В. является законченным научным исследованием и соответствует всем требованиям,

предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук согласно п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842, а ее автор достоин присвоения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

**Ведущая организация**, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), **в своем положительном отзыве**, подписанном заведующим лабораторией материаловедения цветных и легких металлов ИМЕТ РАН, д.т.н., профессором Добаткиным Сергеем Владимировичем, **указала**, что «актуальность выполненных в диссертационной работе исследований и полученных научных результатов не вызывает сомнения», «представленные в диссертации результаты являются новыми, так как они получены впервые и являются продолжением опубликованных ранее исследований термической деградации многослойных структур медь-вольфрам», «представленные результаты являются научно значимыми, так как представляют собой фундаментальный исследовательский интерес для исследования термической стабильности многослойных структур в целом и для структур системы медь-вольфрам в частности», «полученные в диссертации научные результаты и выводы являются достоверными и обоснованными в силу их всесторонней экспериментальной проверки», «практическая значимость работы заключается в выявлении механизмов релаксации механических напряжений в слоях и деградации микроструктуры чередующихся слоев». В заключительной части отзыва указывается, что «диссертационная работа А.В. Дружинина «Термическая стабильность многослойных структур на основе чередующихся наноразмерных слоев меди и вольфрама» является законченным исследованием и соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук согласно п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842, а ее автор А.В. Дружинин достоин присвоения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния».

Соискатель имеет 10 опубликованных научных работ, индексируемых в международных системах Scopus и Web of Science, в том числе по теме диссертации опубликовано 7 работ в периодических рецензируемых научных журналах:

1. Druzhinin, A.V. The effect of the graded bilayer design on the strain depth profiles and microstructure of Cu/W nano-multilayers / A.V. Druzhinin, G. Lorenzin, D. Ariosa, S. Siol, B.B. Straumal, J. Janczak-Rusch, L.P.H. Jeurgens, C. Cancellieri // *Materials & Design*. — 2021. — № 209. — С. 110002.

2. Druzhinin, A.V. The effect of interface stress on the grain boundary grooving in nanomaterials: Application to the thermal degradation of Cu/W nano-multilayers / A.V. Druzhinin, C. Cancellieri, L.P.H. Jeurgens, B.B. Straumal // *Scripta Materialia*. — 2021. — № 199. — С. 113866.

3. Cancellieri, C. Strain depth profiles in thin films extracted from in-plane X-ray diffraction / C. Cancellieri, D. Ariosa, A.V. Druzhinin, Y. Unutulmazsoy, A. Neels, L.P.H. Jeurgens // *J. Appl. Crystallogr.* — 2021. — № 54. — С. 87–98.

4. Страумал, Б.Б. Фазовые превращения в сплавах на основе Nd–Fe–В при кручении под высоким давлением при разных температурах / Б.Б. Страумал, А.А. Мазилкин, С.Г. Протасова, А.Р. Кильмаметов, А.В. Дружинин, Б. Барецки // *Письма в ЖЭТФ*. — 2020. — № 112. — С. 45–53.

5. Druzhinin, A.V. Effect of internal stress on short-circuit diffusion in thin films and nanolaminates: Application to Cu/W nano-multilayers / A. V. Druzhinin, B. Rheingans, S. Siol, B.B. Straumal, J. Janczak-Rusch, L.P.H. Jeurgens, C. Cancellieri // *Appl. Surf. Sci.* — 2020. — № 508. — С. 145254.

6. Druzhinin, A.V. Effect of the individual layer thickness on the transformation of Cu/W nano-multilayers into nanocomposites / A.V. Druzhinin, D. Ariosa, S. Siol, N. Ott, B.B. Straumal, J. Janczak-Rusch, L.P.H. Jeurgens, C. Cancellieri // *Materialia*. — 2019. — № 7. — С. 100400.

7. Сметюхова, Т.Н. Особенности оже-спектров карбидов Ti<sub>2</sub>C, SiC и WC / Т.Н. Сметюхова, А.В. Дружинин, Д.А. Подгорный // *Поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. — 2017. — № 4. — С. 32–38.

Диссертация не содержит недостоверных сведений об опубликованных соискателем научных работах.

На автореферат поступило 8 положительных отзывов.

В части отзывов высказывались замечания. В отзыве Ю.Н. Горностырева (д.ф.-м.н., заведующий лабораторией цветных металлов ФГБУН Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, главный научный сотрудник) высказывается замечание, что в положениях, выносимых на защиту, говорится о величине силы,

создаваемой межфазной границей раздела, но не сообщается куда она приложена и направлена.

В отзыве Ю.Н. Головина (д.ф.-м.н., профессор, заслуженный деятель науки РФ, директор научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина», ведущий научный сотрудник химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова) высказываются три замечания. В первом из них говорится об используемой терминологии «сила» по отношению к энергии межфазной границы раздела. Во втором замечании указывается на необходимость ведения допущений при использовании термина «механическое напряжение» в пленке толщиной в несколько атомных слоев. В третьем замечании указывается на отсутствие в тексте автореферата сравнительного анализа полученных результатов с данными из литературы.

В отзыве Р.З. Валиева (д.ф.-м.н., профессор, заслуженный деятельность науки РФ и РБ, директор НИИ ФПМ ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет») высказывается замечание относительно выдвинутой гипотезы о том, что часть механических напряжений в слоях связана с воздействием подложки на многослойную структуру.

В отзыве О.Б. Переваловой (д.ф.-м.н., старший научный сотрудник лаборатории физики поверхностных явлений Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН) высказываются пять замечаний. В первом замечании указывается на неточность в описании использованной методики рентгеновской дифракции. Во втором замечании говорится о размерности силы, создаваемой межфазной границей раздела. В третьем замечании указывается о несоответствии выводов относительно наблюдаемых величин механических напряжений и значения силы, создаваемой межфазной границей раздела, после отжига. В четвертом замечании указывается на возможное присутствие дополнительной фазы в слоях, исходя из результатов рентгеновской дифракции, что не обсуждается автором. В пятом замечании указывается на отсутствие в тексте автореферата экспериментальных результатов исследования методом просвечивающей электронной микроскопии.

В отзыве В.В. Попова (д.т.н., заслуженный деятель науки РФ, профессор, главный научный сотрудник Института физики металлов имени М.Н. Михеева

Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН) высказываются два замечания. В первом замечании указывается на не совсем очевидное отношение работ [4] и [7] к тематике диссертационной работы из списка статей, опубликованных по теме диссертации. Во втором замечании говорится об использовании размерности удельной энергии на единицу площади при рассмотрении силы, действующей вдоль межфазной границы раздела

Несмотря на это, во всех вышеприведенных отзывах на автореферат указывается, что замечания не снижают высокую оценку работы и не ставят под сомнение основные выводы и положения, выносимые на защиту.

**Выбор официальных оппонентов и ведущей организации** обосновывается тем, что официальные оппоненты и сотрудники ведущей организации являются ведущими специалистами в области физики конденсированного состояния, имеют значительное число опубликованных работ по тематикам схожим с тематикой диссертационной работы. Официальные оппоненты Т.С. Орлова и Е.В. Найденкин являются общепризнанными специалистами в области исследования мелкозернистых и композиционных металлических материалов, таких как фазовые превращения, термическая стабильность, деформационное поведение, упрочнение и сверхпластичность нанокристаллических сплавов, исследование структуры границ зерен, влияние объемной микроструктуры на физические характеристики мелкозернистых сплавов, формирование металлических композиционных материалов. Ведущая организация – Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН – представлена лабораторией металловедения цветных и легких металлов, сотрудники которой являются выдающимися экспертами в областях физики конденсированного состояния, затронутых в диссертации, таких как фазовые превращения в нанокристаллических металлических материалах и сплавах, жидко- и твердофазное смачивание границ зерен; пластическая деформация нанокристаллических материалов; микроструктурные изменения в нанокристаллических материалах под воздействием повышенных температур.

**Диссертационный совет отмечает**, что на основании выполненных соискателем исследований им разработана теория термической деградации многослойных структур системы медь-вольфрам, которая существенно дополняет понимание физической природы происходящих процессов: обосновано влияние

механических напряжений в слоях и термодинамических параметров межфазных границ раздела медь-вольфрам на стабильность процесса деградации.

**К наиболее существенным научным результатам** относятся:

- 1) Значения остаточных механических напряжений в изготовленных многослойных структурах зависят от толщин слоев меди и вольфрама. Впервые экспериментально получено значение силы, создаваемой межфазной границей раздела Cu(111)/W(110), и определена ее зависимость от температуры отжига. Обнаружено, что существует дополнительный источник механических напряжений, который действует одинаково на все бислои Cu/W и связан с воздействием подложки на многослойную структуру;
- 2) Количество медных кристаллитов, которые появляются на поверхности многослойной структуры после отжига, зависит от толщины слоев меди и вольфрама в бислоях Cu/W, а также способа уложения бислоев в объеме многослойной структуры, если комбинируются бислои Cu/W различного типа. С началом деградации кристаллиты исчезают и атомы меди диффундируют обратно в объем многослойной структуры;
- 3) Величина силы, создаваемой межфазными границами раздела Cu(111)/W(110), с ростом температуры отжига (при фиксированной его длительности) линейно уменьшается до нулевого значения;
- 4) Формирование нанокompозита сопровождается появлением пустот в его объеме, а объемная микроструктура нанокompозита зависит от толщин слоев меди и вольфрама в бислоях. Обнаружено, что термическая деградация многослойных структур с комбинацией разных типов бислоев Cu/W приводит к появлению нанокompозитов с составной микроструктурой;
- 5) С помощью *in situ* анализа методом оже-электронной спектроскопии впервые экспериментально определена температурная зависимость коэффициента зернограничной диффузии меди в вольфраме в многослойных структурах системы медь-вольфрам;
- 6) Разработаны методики экспериментального анализа распределения упругой деформации в слоях по глубине многослойной структуры и распределения упругой деформации по глубине в традиционных тонких пленках. Впервые экспериментально получены профили распределения деформации в слоях вольфрама по глубине многослойной структуры системы медь-вольфрам.

**Теоретическая значимость** обусловлена детальным исследованием состояния механических напряжений в слоях меди и вольфрама в многослойных структурах после изготовления и после термического отжига. Изучено влияние толщин слоев меди и вольфрама в бислоях и расположение этих бислоев на средние величины механических напряжений в слоях. Впервые экспериментально рассчитана величина энергии, необходимой для упругой деформации межфазных границ раздела медь-вольфрам. Обнаружен дополнительный вклад в величины механических напряжений в слоях, связанный с взаимодействием многослойной структуры и подложки. Показано, что расположение бислоев того или иного типа слабо влияет на величину средних механических напряжений, но существенно изменяет форму профиля распределения упругой деформации в слоях. Представленные экспериментальные результаты составляют ценность для теории появления и релаксации механических напряжений в тонких пленках и многослойных структурах.

**Практическая значимость** полученных в диссертационной работе результатов обусловлена расширением границ практического применения многослойных структур на основе чередующихся наноразмерных слоев меди и вольфрама. В частности, обнаружено, что в течение термического отжига происходит отток атомов меди на поверхность многослойных структур, а интенсивность оттока можно контролировать, комбинируя различные толщины слоев меди и вольфрама в бислоях, а также бислои различного типа в объеме многослойной структуры. Благодаря этому, многослойные структуры системы медь-вольфрам могут найти свое применение в качестве твердофазных припоев для соединения объемных материалов. Экспериментальные результаты исследования термической деградации многослойных структур показали, что высокотемпературный отжиг многослойных структур может трактоваться как новая методика формирования пленок медь-вольфрамовых нанокомпозитов с вариативной объемной микроструктурой. Вместе с тем в данной работе экспериментально получена зависимость коэффициента зернограничной диффузии атомов меди в слоях вольфрама, что может быть использовано для предсказания кинетики диффузионных процессов в материалах данной системы элементов. Практически значимым также является разработанная методика экспериментального анализа распределения упругой деформации по глубине в тонких пленках и многослойных структурах.

Полученные теоретические и практические результаты работы будут полезны исследовательским группам, которые занимаются фундаментальными и прикладными исследованиями в области тонких пленок и многослойных структур.

Представленные научные результаты получены впервые, являются важным развитием результатов опубликованных ранее работ по термической деградации многослойных структур системы медь-вольфрам, что обуславливает их **новизну**. **Достоверность** полученных результатов обеспечивается использованием современных экспериментальных методов исследований, они не противоречат общепринятым в физике конденсированного состояния научным положениям, в частности, экспериментальным результатам исследования процессов термической деградации многослойных структур других систем элементов, представленным в литературе. Представленные результаты опубликованы в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ и входящих в международные базы цитирования Web of Science и Scopus. Кроме того, полученные результаты неоднократно обсуждались на 11 российских и международных конференциях.

**Личный вклад** соискателя определяющий. А.В, Дружинин является первым автором большинстве научных статей, которые опубликованы в ведущих мировых научных изданиях, таких как «Materialia», «Materials & Design», «Scripta Materialia», «Applied Surface Science». Автор принимал непосредственное или определяющее участие на всех стадиях экспериментальной работы: в изготовлении образцов многослойных структур, исследованиях методами сканирующей электронной микроскопии, сканирующей просвечивающей электронной микроскопии, оже-электронной спектроскопии, рентгеновской дифракции. Соискатель самостоятельно производил анализ полученных экспериментальных данных. Личный вклад также подтверждается неоднократным участием соискателя на научных конференциях и семинарах с устными и стендовыми докладами.

В ходе защиты диссертации были высказаны два критических замечания. В первом замечании упоминается о существенном различии коэффициентов термического расширения меди и вольфрама, что может приводить к дополнительным механическим напряжениям после формирования и в течение отжига. Во втором замечании указывалось о возможном наличии примесей в образцах после изготовления и термического отжига.

Соискатель Дружинин А.В. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию. Относительно первого замечания соискатель указал, что формирование многослойных структур производилось на не подогретой подложке, поэтому влияние коэффициентов термического расширения во время изготовления многослойных структур минимально, но становится существенным в процессе термического отжига. Относительно второго замечания соискатель указал, что производился количественный элементный анализ методом оже-электронной спектроскопии, который не выявил сторонних примесей в образцах.

**Диссертационный совет заключает**, что диссертация А.В. Дружинина является самостоятельной завершенной научно-квалификационной работой. Работа А.В. Дружинина полностью отвечает всем критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук в соответствии с п. 9 Положения о присуждении ученых степеней Постановления Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г.

На заседании 21 декабря 2021 г. диссертационный совет принял решение присудить А.В. Дружинину ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 23 человек, из них 23 доктора наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 28 человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» – 20, «против» – 2, недействительных бюллетеней – 1.

Председатель

диссертационного совета

доктор физ.-мат. наук

Левченко Александр Алексеевич

Ученый секретарь

диссертационного совета

доктор технических наук

Курлов Владимир Николаевич

23 декабря 2021 г.