

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49

Тел. (499) 135-20-60, факс: 135-86-80

E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>

ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702

ИНН/КПП 7736045483/773601001

25.10.2021 № 12202 -2115-782/18

На № _____

Г

Г

«УТВЕРЖДАЮ»

И.о. зам. директора Института по
научной работе, к. т. н.

Банных И.О.

«25» октября 2021 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу Дружинина Александра Владимировича «Термическая стабильность многослойных структур на основе чередующихся наноразмерных слоев меди и вольфрама», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния

Диссертация А.В. Дружинина посвящена исследованию эволюции микроструктуры многослойных структур системы медь-вольфрам с наноразмерными толщинами слоев при высокотемпературном отжиге. **Актуальность работы** обусловлена тем, что проблема стабильности эксплуатационных свойств металлов и сплавов всегда стоит весьма остро. Особый интерес к многослойным структурам в первую очередь связан с возможностью формирования тонкопленочных покрытий с заданными физическими свойствами, которые возможно варьировать в широких пределах изменяя объемную микроструктуру материала, например, толщины слоев. В свою очередь, многослойные структуры системы медь-вольфрам обладают интересным сочетанием физических свойств: высокие модули

упругости, твердость, пределе текучести, высокая радиационная стойкость, возможности изменения электро- и теплопроводности структуры в широких пределах. При этом отсутствие взаимной растворимости компонентов друг в друге вплоть до температуры плавления меди потенциально позволяет эксплуатировать такие структуры в условиях повышенных температур. Однако, при нагреве неизбежны микроструктурные изменения, связанные с уменьшением энергии внутренних границ раздела. Особенности этих процессов в многослойных структурах системы медь-вольфрам изучены недостаточно и в этой связи **актуальность** выполненных в диссертационной работе исследований и полученных научных результатов не вызывает сомнения.

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы.

Во введении обоснована актуальность поставленных задач, сформулирована цель работы, перечислены основные результаты, составляющие научную новизну диссертации, перечислены выносимые на защиту положения. Дополнительно обсуждается научная и практическая значимость работы, даются сведения о публикации основных научных результатов и докладах по теме работы на научных конференциях, сформулирован личный вклад автора в работу.

В первой главе представлен обзор литературы, в котором рассмотрены физические свойства многослойных структур, процессы термической деградации в многослойных структурах металлических систем элементов, влияние термического отжига на микроструктуру многослойных структур системы медь-вольфрам. Во второй главе подробно описаны экспериментальные методики.

В третьей главе представлены экспериментальные результаты изучения микроструктуры изготовленных образцов многослойных структур с одним типом бислоев (одно значение суммарной толщины слоев меди и вольфрама). Установлено, что формирование слоев меди и вольфрама сопровождается появлением сильной кристаллографической текстуры. Экспериментально обнаружено, что в слоях меди и вольфрама присутствуют высокие остаточные механические напряжения (определены их средние значения). Экспериментально определено значение силы, действующей вдоль межфазной границы раздела (111)Cu/(110)W, которая преимущественно определяет конечную величину механических напряжений в слоях.

В четвертой главе представлены экспериментальные результаты изучения эволюции микроструктуры образцов многослойных структур с одним типом бислоев в течение отжига при температурах 400–700 °С. Показано, что процесс релаксации механических напряжений во время отжига сопровождается оттоком атомов меди на поверхность многослойных структур. Обнаружено, что деградация многослойной структуры происходит посредством твердофазного смачивания границ зерен вольфрама атомами меди, что приводит к росту канавок вдоль границ зерен, появлению разрывов слоев и как следствие потере слоистой микроструктуры. С помощью *in situ* анализа методом оже-электронной спектроскопии определена температурная зависимость коэффициента зернограничной диффузии атомов меди в вольфраме.

В пятой главе представлены экспериментальные результаты изучения деградации многослойных структур с одним типом бислоев, наблюдаемой после отжига при температуре 800 °С и приводящей к формированию медь-вольфрамовых нанокompозитов. Обнаружено, что объемная микроструктура нанокompозитов определяется соотношением толщин слоев меди и вольфрама в исходных образцах многослойных структур. Выдвинуто предположение, что «сдвиг» начала процесса деградации многослойных структур в область температур 700–800 °С связан с уменьшением величины силы, действующей вдоль межфазной границы раздела (111)Cu/(110)W.

В шестой главе представлены экспериментальные результаты изучения термической деградации образцов многослойных структур с двумя типами бислоев (два значения суммарной толщины слоев меди и вольфрама) с различным характером их расположения в объеме структуры. Обнаружено, что средние значения механических напряжений в слоях не зависят от характера расположения бислоев, в отличие от вида распределения упругой деформации в слоях по толщине многослойной структуры. Для анализа распределения упругих деформации разработана методика экспериментального анализа с помощью рентгеновской дифракции. Показано, что термическая деградация таких структур приводит к появлению медь-вольфрамовых нанокompозитов с градиентом объемной микроструктуры.

В заключении сформулированы результаты работы. К наиболее значимым можно отнести:

1) Впервые обнаружено, что возникновение сжимающих механических напряжений в слоях меди и вольфрама в изготовленных многослойных структурах, преимущественно связано с действием силы, создаваемой межфазной границей раздела медь-вольфрам. С ростом температуры отжига величина этой силы уменьшается;

2) В течение термического отжига происходит отток атомов меди на поверхность многослойной структуры, что обусловлено релаксацией механических напряжений. Обнаружено, что интенсивность оттока зависит не только от толщин слоев меди и вольфрама в бислоях, но и от характера укладки бислоев в объеме многослойной структуры, когда присутствуют бислои двух типов;

3) Впервые обнаружено, что объемная микроструктура формирующихся медь-вольфрамовых нанокompозитов зависит от толщин слоев меди и вольфрама в бислоях. Термическая деградация многослойных структур с двумя типами бислоев приводит к формированию нанокompозитов с составной объемной микроструктурой, повторяющей расположение бислоев в изначальной многослойной структуре;

4) Впервые обнаружено, что именно вид распределения упругой деформации в слоях по глубине многослойной структуры оказывает влияние на интенсивность оттока атомов меди во время высокотемпературного отжига.

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. Полученные экспериментальные результаты не противоречат литературным данным, которые относятся к изучению схожих физических процессов в многослойных структурах других металлических систем элементов. Вместе с тем, научные результаты находятся в согласии с теорией в тех случаях, когда такая теория существует.

Практическая значимость работы заключается в выявлении механизмов релаксации механических напряжений в слоях и деградации микроструктуры чередующихся слоев. Данные результаты могут найти применение при создании

многослойных структур системы медь-вольфрам с прогнозируемыми физическими свойствами. Наиболее практически значимые результаты:

- 1) Возможность контроля за интенсивностью оттока меди может позволить использовать такие многослойные структуры в качестве твердофазных припоев;
- 2) Термическая деградация таких многослойных структур может выступать в качестве нового метода изготовления медь-вольфрамовых нанокompозитов с желаемой объемной микроструктурой;
- 3) Полученная экспериментально температурная зависимость коэффициента зернограничной диффузии меди в вольфраме может использоваться для расчета кинетики диффузионных процессов в материалах системы медь-вольфрам;
- 4) Разработаны методики экспериментального анализа распределения упругой деформации в слоях по глубине в тонких пленках и многослойных структурах;

Материал изложен грамотным языком, ясно и последовательно, иллюстративный материал достаточен для понимания. Аналитический обзор литературы полностью раскрывает проблему изучения термической стабильности в многослойных структурах в целом и в многослойных структурах системы медь-вольфрам, в частности. Автор убедительно демонстрирует отличное владение современными методами исследования материалов. Автореферат полно передаёт содержание диссертации, в том числе научные положения, научную новизну, выводы, теоретическую и практическую значимость. Характеризуя работу в целом следует отметить её высокий научный уровень выполнения, большой объем исследований, большое количество новых экспериментальных результатов и выводов.

Основные результаты диссертационной работы изложены в 7 научных статьях, неоднократно докладывались на 11 международных конференциях и симпозиумах, как в России, так и за рубежом. О высоком уровне работ свидетельствуют публикации в журналах *Applied Surface Science*, *Scripta Materialia*, *Materials&Design*.

Несмотря на высокую оценку диссертационной работы, имеется ряд замечаний:

- 1) Отсутствует детальное исследование контактных углов твердофазного смачивания границ зерен вольфрама, что несомненно украсило бы работу;
- 2) В Главе 5, разделе 5.1 автор показывает изображения, формирующегося медь-вольфрамового нанокompозита для длительности отжига 100 мин, но не приводит изображений микроструктуры ни одного образца после большей длительности отжига,

что следовало бы сделать, чтобы понимать каковы дальнейшая тенденция в эволюции системы;

3) Автор указывает, что изначально на поверхности подложки формировался буферный слой вольфрама, но не объясняет в чем заключалась причина создания этого дополнительно слоя;

4) В Главе 6, разделе 6.2 на рисунке 6.7 приведены результаты аппроксимации значений вектора дифракции в зависимости от угла входа первичного пучка рентгеновских лучей для определения профилей распределения деформации по глубине, однако не указано какой математический метод использовался, что следовало бы сделать.

Перечисленные выше замечания носят рекомендательный характер и никоим образом не снижают общей высокой оценки работы. Учитывая вышесказанное, считаем, 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.

Отзыв обсужден на заседании Ученого совета ИМЕТ РАН 21 октября 2021г.

Составитель отзыва:

Заведующий лабораторией металловедения цветных и легких металлов Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук, доктор технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, профессор

Добаткин Сергей Владимирович

Подпись С.В. Добаткина заверяю.

Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



Фомина О.Н.

Сведения об организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук. Адрес: 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49. Тел.: +7 (499) 135-2060. E-mail: imet@imet.ac.ru.