

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

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

### **Актуальность работы.**

Диссертационная работа А.В. Дружинина посвящена исследованию воздействия термического отжига при повышенных температурах на микроструктуру многослойных наноразмерных структур системы медь-вольфрам. Многослойные структуры представляют собой перспективный класс наноматериалов, физические свойства которых можно изменять в широких пределах, варьируя толщины и последовательность чередующихся слоев. Актуальность темы диссертационной работы обусловлена повышенным интересом к многослойным структурам системы медь-вольфрам благодаря их уникальным свойствам: механическим характеристикам, электро- и теплопроводности, высокой радиационной стойкости. Интерес к многослойным структурам данной системы элементов связан и с крайне незначительной растворимостью меди и вольфрама друг в друге, что открывает пути для эксплуатации в экстремальных условиях высоких температур. Однако деградация микроструктуры чередующихся слоев имеет место, так как система стремится уменьшить избыточную энергию, связанную с высокой долей внутренних границ раздела (границ зерен, межфазных границ). На момент начала выполнения диссертационной работы было опубликовано две экспериментальные работы, в которых была установлена только общая стадийность процесса термической деградации многослойных структур системы медь-вольфрам. В связи с этим выполненные в диссертационной работе А.В. Дружинина исследования и полученные научные результаты актуальны, так как направлены на детальное исследование процесса термической деградации многослойных структур Cu/W с вариацией толщины слоев и характера их расположения и выявление его основных закономерностей.

### **Содержание диссертации.**

Содержание и структура диссертации логически едины и соответствуют поставленной цели исследования. Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы.

Во введении диссертации обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цель и задачи, отражены научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, перечислены положения, выносимые на защиту. Приводятся также сведения о личном вкладе автора, апробации работы, достоверности полученных результатов, публикациям по теме диссертационной работы.

В первой главе представлен глубокий обзор литературных данных по теме диссертационного исследования, в котором рассматриваются физические свойства металлических многослойных структур, механизм и движущая сила процесса термической деградации в таких структурах, приводятся и обсуждаются экспериментальные результаты исследования термической деградации многослойных структур системы медь-вольфрам, опубликованные на момент начала выполнения диссертационной работы.

В Главе 2 дано описание типов исследованных структур Cu/W и метода их формирования, а также методов их исследования. Для выполнения задач, поставленных автором диссертации, в работе применялся целый ряд современных прецизионных экспериментальных методов исследования, таких как просвечивающая электронная

микроскопия (ПЭМ), сканирующая просвечивающая электронная микроскопия (СПЭМ), метод Оже-электронной спектроскопии (ОЭС), метод рентгеновской дифракции (РД), позволяющих исследовать изменение микроструктуры, композиционного состава, кристаллографической текстуры, средних значений остаточных механических напряжений в слоях и распределения упругой деформации по толщине многослойной структуры, происходящих в результате отжига.

В третьей главе приводятся результаты исследования микроструктуры изготовленных образцов многослойных структур, состоящих из бислоев медь-вольфрам одного типа. Обнаружено, что объемная микроструктура образцов равномерна, макродефекты (трещины, поры) отсутствуют. Обнаружено, что слои меди и вольфрама сильно текстурированы, в них наблюдаются высокие сжимающие механические напряжения. Определены средние значения напряжений. Рассчитано значение силы, действующей вдоль межфазной границы раздела медь-вольфрам, и сделан вывод, что она является основной причиной появления сжимающих механических напряжений в слоях.

В четвертой главе рассматриваются результаты исследования микроструктуры многослойных структур с одним типом бислоев медь-вольфрам, подвергнутых термическому отжигу в интервале температур 400–700 °С при фиксированной длительности 100 мин. Обнаружен отток атомов меди на поверхность структуры, связанный с процессом релаксации механических напряжений в слоях меди. Обнаружено начало термической деградации образцов многослойных структур после отжига при температуре 700 °С. Показано, что процесс деградации связан с твердофазным смачиванием границ зерен вольфрама и углублением канавок вдоль границ. С помощью анализа методом оже-электронной спектроскопии определена температурная зависимость коэффициента диффузии меди по границам зерен вольфрама.

В пятой главе приводятся результаты исследования микроструктуры образцов многослойных структур с одним типом бислоев медь-вольфрам после отжига при температуре 800 °С в течение 100 мин. Обнаружено, что во время отжига при данной температуре происходит исчезновение микроструктуры чередующихся слоев и происходит формирование пористой микроструктуры медь-вольфрамового нанокompозита. Деградация многослойных структур с одним типом слоев меди и вольфрама, но с различными толщинами приводит к формированию нанокompозитов с отличающейся объемной микроструктурой.

В шестой главе рассматриваются результаты исследования микроструктуры многослойных структур с двумя типами бислоев медь-вольфрам, подвергнутых термическому отжигу в интервале температур 400–800 °С с фиксированной длительностью 100 мин. Показано, что интенсивность оттока атомов меди зависит от расположения бислоев того или иного типа. Экспериментально получены и проанализированы профили распределения упругой деформации по глубине структур для разного расположения бислоев и выдвинуто предположение, что именно характер распределения упругой деформации влияет на интенсивность оттока. Во время термической деградации таких многослойных структур формируются нанокompозиты с составной объемной микроструктурой.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы диссертационной работы.

### **Новизна и научная значимость.**

Работа А.В. Дружинина вносит весомый вклад в развитие представлений о процессах термической деградации многослойных структур системы Cu/W и закономерностях изменения остаточных механических напряжений в слоях при термическом воздействии в широком интервале температур.

Среди полученных в диссертации новых результатов отмечу следующие, по моему мнению, наиболее важные результаты.

Во-первых, это экспериментальное определение величины силы, действующей вдоль межфазной границы раздела медь-вольфрам и зависимости ее величины от температуры отжига в многослойных структурах системы Cu/W. Впервые обнаружено, что действие этой силы может оказывать доминирующее влияние на конечную величину механических напряжений в слоях. Обнаружено, что существует дополнительный источник механических напряжений, который действует одинаково на все бислои и связан с воздействием подложки на многослойную структуру.

Второй, на мой взгляд, не менее важный результат это проведенное исследование релаксации механических напряжений во время термического отжига. Показано, что релаксации механических напряжений в процессе отжига приводит к оттоку атомов меди на поверхность многослойной структуры, а интенсивность оттока зависит от типа бислоев и способа их расположения в объеме многослойной структуры. В образцах многослойных структур с одним типом бислоев количество медных кристаллитов зависит от толщины слоев меди и вольфрама. В образцах многослойных структур с двумя типами бислоев интенсивность оттока зависит от характера укладки бислоев в объеме многослойной структуры: бислои со слоями меди большей толщины у поверхности многослойной структуры приводят к более интенсивному оттоку атомов меди.

Важным и приоритетным результатом работы является впервые экспериментально определенная температурная зависимость коэффициента зернограницной диффузии меди в вольфраме в МС системы Cu/W, которую удалось получить с помощью *in situ* анализа методом оже-электронной спектроскопии (ОЭС).

Интересными и важными представляются и результаты по эволюции микроструктуры при высокотемпературном отжиге. Было показано, что объемная микроструктура медь-вольфрамовых нанокompозитов, формирующихся в результате высокотемпературного отжига, определяется типом бислоев медь-вольфрам и их расположением в объеме изначальной многослойной структуры.

Особо следует отметить и разработанную методику анализа распределения упругой деформации в слоях по глубине многослойной структуры, используя которую автор диссертации показал, что интенсивность оттока атомов зависит от формы распределения упругой деформации в слоях, которая, в свою очередь, определяется характером расположения бислоев того или иного типа в объеме многослойной структуры.

Представленные научные результаты получены впервые, дополняя ранее известные данные о характере термической деградации многослойных структур системы медь-вольфрам. Полученные результаты важны для исследований многослойных структур в целом, они значительно расширяют фундаментальные знания о природе процессов термической деградации таких наноматериалов, что обуславливает их высокую научную значимость.

### **Практическая значимость.**

В данной работе обнаружено, что процесс деградации многослойной структуры приводит к появлению медь-вольфрамового нанокompозита с контролируемой объемной микроструктурой, которая может рассматриваться как новая методика создания подобных наноматериалов и найти свое дальнейшее развитие.

**Достоверность** полученных в диссертации результатов, положений и выводов сомнений не вызывает. Высокая степень достоверности результатов исследований А.В. Дружинина подтверждается тем, что они получены с привлечением ряда

зарекомендовавших себя современных взаимодополняющих методик на оборудовании высокого уровня. Полученные в работе результаты хорошо согласуются с литературными данными по Cu/W системе, а также с данными, относящимися к исследованиям микроструктурных изменений под воздействием повышенных температур в многослойных структурах других металлических систем. Они опубликованы в ведущих научных изданиях с высоким импакт-фактором, были широко представлены на российских и международных конференциях.

Полученные в работе результаты достаточно подробно и ясно описаны и проанализированы, сделанные в диссертации выводы обоснованы и соответствуют как задачам исследования, так и полученным результатам.

По работе можно сделать ряд **замечаний и пожеланий**:

1) В работе исследуется влияние толщины бислоев и характера их расположения при фиксированном количестве бислоев в количестве 20. Возникает вопрос – может ли изменение количества бислоев, а, следовательно, и количества межфазных границ в структуре сказаться на основных закономерностях процессов эволюции/деградации этих многослойных структур?

2) Сравнивая интенсивности оттока атомов меди на поверхность многослойных структур после отжига при разных температурах (например, рисунки 4.6 и 6.3), автор руководствуется только визуальным различием и не приводит никаких численных оценок, например, количества и размера кристаллитов.

3) На рисунке 4.5 представлено изображение сечения объема многослойной структуры под медным кристаллитом и указывается, что часть слоев меди и вольфрама под его основанием не разрушаются. Может ли полученное изображение являться следствием более значительного вытравливания материала фокусированным ионным пучком, т.е. представлять собой изображение материала, расположенного уже вне зоны под медным кристаллитом?

4) В целом диссертационная работа хорошо оформлена, написана грамотным языком, однако в тексте встречается небольшое количество опечаток, связанных главным образом с согласованием окончаний, типа «остаточные механических напряжения» (стр. 2), «межфазные границ раздела» (стр. 5) и др.

Неудачной представляется фраза «углубляться внутрь границ зерен», так как границы зерен представляют собой двумерный дефект. По-видимому, следовало написать «углубляться от межфазной границы вдоль границ зерен в слое» или как-то по-другому.

Сделанные замечания никак не затрагивают основных результатов диссертации и не снижают ее общей высокой положительной оценки. Диссертационная работа является законченным научным исследованием, выполненном на высоком научном уровне и вносящем весомый вклад в физику конденсированного состояния.

**Рекомендации по использованию работы.** Как было указано выше, результаты работы описывают основные закономерности эволюции микроструктуры и релаксации остаточных напряжений для многослойных систем Cu/W с различными параметрами (толщинами бислоев) и характером их расположения. Данная информация может применяться при анализе структур подобных материалов, разработке новых МС и в научных исследованиях. Информация о релаксации механических напряжений и формировании нанокомпозитов при термическом воздействии может помочь при

разработке нанокompозитов с контролируемой объемной микроструктурой. Результаты работы будут полезны сотрудникам научно-исследовательских институтов, в их числе институты РАН: ИФТТ, ФТИ, ИМЕТ, ИПМаш, ИПМех, ИМФ УРО РАН, ИФПМ СО РАН; отраслевые: ЦНИИЧерМет, ВИАМ, ВИЛС; образовательные: МИСиС, СПбГУ, СПбГТУ, БелГУ, факультет наук о материалах МГУ, ННГУ, ТГУ и другие.

**Апробация** работы представлена докладами на 11 международных и российских конференциях, основные результаты диссертационной работы опубликованы в 7 научных статьях, большинство из которых имеет высокий импакт-фактор. В большинстве публикаций А.В. Дружинин является первым автором, что, несомненно, указывает на определяющий личный вклад соискателя при выполнении диссертационной работы. Автор принимал непосредственное участие в изготовлении образцов многослойных структур, самостоятельно исследовал образцы методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновской дифракции, лично проводил *in situ* анализ кинетики зернограницной диффузии методом оже-электронной спектроскопии.

**Автореферат** адекватно отражает основное содержание диссертации, выводы и положения, выносимые на защиту.

По совокупности перечисленных выше признаков считаю, что диссертационная работа А.В. Дружинина «Термическая стабильность многослойных структур на основе чередующихся наноразмерных слоев меди и вольфрама» 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 А.В. Дружинин достоин присвоения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

**Официальный оппонент:**

доктор физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния, старший научный сотрудник лаборатории физики профилированных кристаллов отделения физики твердого тела Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

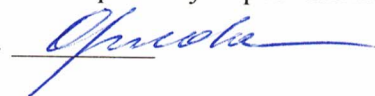
Орлова Татьяна Сергеевна



«8» ноября 2021 г.

Даю согласие на обработку персональных данных

Орлова Т. С.



«8» ноября 2021 г.

**Контактная информация:**

Почтовый адрес: 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26

ФТИ им. А.Ф. Иоффе

Телефон: (812) 297-2245

Факс: (812) 297-1017

E-mail: [orlova.t@mail.ioffe.ru](mailto:orlova.t@mail.ioffe.ru)



Подпись Орловой Т. С. удостоверяю  
зам.отделом кадров ФТИ им.А.Ф.Иоффе

 Н.С. Бугаев