

ВІДГУК
офіційного опонента на дисертаційну роботу
Круглова Івана Олександровича

на тему «Вплив комплексної йонної та термічної обробки на структурно-фазові
перетворення у функціональних плівкових композиціях із нанорозмірними
шарами Ni, Cu, Cr, V»,
представлену на здобуття ступеня доктора філософії
в галузі знань 13 Механічна інженерія
за спеціальністю 132 Матеріалознавство

Актуальність теми дисертації.

Тонкоплівкові матеріали з товщиною шарів у нанорозмірному діапазоні, що отримуються фізичними методами осадження у вакуумі чи у газовій атмосфері, є ключовими компонентами сучасних пристроїв мікроприладобудування. Металеві тонкі плівки на основі Cu активно використовуються, наприклад, у якості провідних з'єднань між елементами мікросхем. Існуючі тенденції до постійного зменшення розмірів металевих контактів (ширини та товщини лінії) для електронних пристроїв з переходом до нанорозмірного стану обумовлюють виникнення проблем стосовно довгострокової надійності, адгезії, дифузії за умов термічної дії різного походження та можливого окиснення таких матеріалів під дією зовнішнього середовища.

Дисертаційна робота Круглова І.О. присвячена питанням покращення термічної стабільності, фізико-хімічних та трибологічних властивостей нанорозмірних металевих матеріалів, затребуваних у якості функціональних елементів сучасного приладобудування, за допомогою використання низькоенергетичних йонних та комбінованих впливів. Таким чином, представлені в роботі дослідження є актуальними та спрямованими на вирішення важливої науково-практичної проблеми тонкоплівкового матеріалознавства, що підтверджується як високим рівнем наукових публікацій здобувача, так і зв'язком роботи з національними та міжнародними науково-дослідними програмами та індивідуальними дослідницькими грантами.

Оцінка обґрунтованості наукових результатів дисертації, їх достовірності та новизни.

Наукова новизна результатів дисертаційного дослідження полягає в наступному:

1. Вперше встановлено, що у плівкових системах Ni/Cu/Cr(V)/Si₍₁₀₀₎, Cr/Cu/Ni/Si₍₁₀₀₎ з товщиною шарів металів в 25 нм йонно-променева обробка з енергією йонів від 400 до 200 еВ не викликає в них структурно-фазових перетворень (за виключенням зменшення геометричних розмірів кристалітів у зовнішньому шарі Ni).

2. Проведено вивчення впливу йонно-променевої обробки на адсорбційну здатність поверхні багат шарових структур у кисневому та вологому середовищах.
3. Запропоновано нову модель механізмів йонно-стимульованих фізико-хімічних взаємодій на різних межах розділу багат шарових нанорозмірних плівкових композицій з врахуванням ефекту «дальнодіючого впливу» низькоенергетичних йонів.
4. Запропоновані механізми фазоутворення в нанощарах Ni/Cu під впливом комплексу зовнішніх факторів - температури та йонного опромінення.
5. Визначено вплив газового середовища низькотемпературної (до $0,3 T_{пл}$) термічної обробки нанорозмірної системи Ni/Cu/Cr/Si₍₁₀₀₎ на розвиток дифузійного структуро- та фазоутворення.
6. Вперше показано, що зміна адгезійного шару на підкладці з Cr на V в системах Ni/Cu/Cr/Si(100), Ni/Cu/V/Si(100) змінює дифузійні процеси під час термічного відпалу.
7. Проведено вивчення впливу різноманітних обробок на адгезійну міцність та зносостійкість багат шарових наноструктур.

Всі представлені до захисту положення наукової новизни є обґрунтованими і логічно витікають із експериментальних результатів, викладених в третьому розділі дисертаційної роботи здобувача. Достовірність отриманих результатів не викликає сумнівів, оскільки вони отримані із застосуванням широкого спектру сучасних фізичних методів досліджень, а дані різних методів не суперечать один одному. Високий науковий рівень роботи підтверджується тим, що її результати оприлюднені у 10 фахових наукових статтях у виданнях Q1-Q3 кuartилів.

Наукові задачі дослідження сформульовані на основі детального аналізу фахової наукової періодики з тематики дослідження. Поставлені наукові завдання в дисертаційній роботі виконані повністю, здобувач повною мірою оволодів методологією наукової діяльності.

Оцінка змісту дисертації, її завершеність та дотримання принципів академічної доброчесності.

За своїм змістом дисертаційна робота здобувача Круглова Івана Олександровича повністю відповідає Стандарту вищої освіти зі спеціальності 132 Матеріалознавство галузі знань 13 Механічна інженерія та напрямкам досліджень відповідно до освітньої програми Матеріалознавство.

Дисертаційна робота є завершеною науковою працею і свідчить про наявність особистого внеску здобувача до наукового напрямку «Функціональні наноматеріали для мікроприладобудування».

Аналіз звіту подібності дисертаційної роботи на текстові співпадіння (3.6%) засвідчує, що дисертаційна робота здобувача є результатом самостійних досліджень і не містить елементів запозичень, фальсифікації чи плагіату. Отже, в своїй дисертаційній роботі здобувач повністю дотримався принципів академічної доброчесності.

Мова та стиль викладення результатів.

Дисертаційна робота написана українською мовою з коректним використанням професійної науково-технічної термінології. Матеріали дисертаційної роботи викладено логічно, послідовно та вичерпно.

Дисертація складається зі вступу, 3 розділів, висновків, списку використаної літератури та додатку А. Загальний обсяг дисертаційної роботи складає 178 сторінок, з них 151 сторінка – основного тексту.

У **вступі** розкрито актуальність роботи, сформульовано мету та задачі дослідження. Зазначено зв'язок роботи з науково-дослідними темами МОН України (№0118U000221 та №0121U110283), міжнародним проектом CRDF Global та МОН України (№G-202108-68019) між КПІ ім. Ігоря Сікорського та Університетом Каліфорнії в Лос-Анджелесі, індивідуальними грантами синхротронного центру RIKEN Spring-8, Японія. Вказано об'єкти та предмет дослідження, наведено положення наукової новизни, практичне значення результатів, а також їх апробацію на 7 міжнародних конференціях та висвітлення у 10 статтях у фахових виданнях, що індексуються наукометричною базою даних Scopus.

У **першому розділі** проаналізовано наукову літературу з тематики досліджень. Зокрема, розглянуто тенденції сучасних технологій мікро- та наноелектроніки, мікроприладобудування та фотовольтаїки щодо використання тонкоплівкових металевих матеріалів у якості основних функціональних елементів. Проаналізовано вплив різноманітних фізико-технологічних параметрів отримання та обробки нанорозмірних плівкових матеріалів (метод осадження, температура підкладки, атмосфера обробки, швидкість нагріву та охолодження тощо) на формування їх структури, фазового складу та властивостей. Розглянуто особливості процесів модифікації структури, шорсткості та фізико-хімічних властивостей матеріалів шляхом опромінення їх поверхні йонними пучками. Проаналізовано фізичні ефекти, які можуть мати місце в матеріалах в процесі їх йонної обробки – ефекти матриці та дальності. Плівки нікелю та міді досить добре досліджені за останні декілька десятиків років. Але, на мою думку, в огляді літератури власне зв'язку електрофізичних (міді) чи магнітних (нікелю) властивостей цих матеріалів зі структурою плівок уваги було приділено недостатньо.

У **другому розділі** обґрунтовано вибір об'єктів дослідження та методів їх вакуумного осадження. Наведено використані параметри термічної, йонно-променевої, йонно-плазмової та комбінованої йонно-термічної обробки. Надано характеристику широкому спектру використаних в роботі експериментальних методів дослідження. Але, на мою думку, в огляді літератури опис добре відомих методів дослідження: рентгенівської дифракції, Оже спектроскопії, просвітлюючої електронної мікроскопії і т. і. є занадто детальним. В той же час при описі методів отримання зразків для дослідження (параграфи 2.2.1 та 2.2.2) відсутня досить важлива для багатошарових металевих структур інформація – чи одержувались ці багатошарові структури в одному вакуумному циклі, чи для осадження наступного шару підкладка з нанесеним шаром металу в установці напускали повітря. А також чи перевірялась фактична товщина одержаних шарів Cr, Cu та Ni, що створюють багатошарову структуру? На стор.

50 автор пише, що деякі властивості багатошарових структур досліджувались in-situ. На мою думку це не відповідає дійсності через те, що установки для осадження плівок не були облаштовані апаратурою для дослідження їх структури чи фізичних властивостей. Для цього зразки мали бути перенесені з ВУП-5 до досліджуваних установок.

У **третьому розділі** викладено основні експериментальні результати щодо впливу комплексної йонної та термічної обробки на структурно-фазові перетворення в досліджуваних плівкових системах.

У п. 3.1 продемонстровано вплив різних параметрів низькоенергетичної Ar^+ йонної обробки – енергії йонів, дози опромінення та густини йонного струму – на формування структурно-фазового складу та розвиток окисно-відновних процесів в тришаровій тонкоплівковій системі Ni/Cu/Cr. Важливим одержаним результатом є встановлена залежність вихідного фазового складу багатошарових плівкових структур від режимів йонно-променевої обробки. Встановлено особливості розвитку окисно-відновних процесів, які мають місце на внутрішніх межах розділу наночарів у процесі йонного опромінення, та вперше запропоновано модель таких дальнодіючих йонно-стимульованих фізико-хімічних взаємодій.

У п. 3.2 вперше показано, що застосування низькоенергетичної йонно-променевої обробки дозволяє зменшити кількість шкідливих домішок та підвищити хімічну чистоту провідного шару Cu, а також загальмувати розвиток дифузійних процесів між матеріалами наночарів в процесі термічної обробки нанорозмірних систем. Розкрито також особливості перебігу процесів оксидоутворення (на зовнішній поверхні) та дефектоутворення (в об'ємі) на дифузійне фазоутворення в плівкових системах під час комплексних енергетичних впливів.

Важливим практичним результатом, одержаним в параграфі 3.3, є встановлені закономірності впливу йонно-променевої обробки багатошарових структур на їх адгезійні та зносостійкі властивості.

Дисертаційна робота оформлена відповідно до вимог наказу МОН України від 12 січня 2017 р. № 40 «Про затвердження вимог до оформлення дисертації».

Оприлюднення результатів дисертаційної роботи.

Наукові результати дисертації висвітлені у **10** наукових публікаціях здобувача, серед яких: **0** статей у наукових виданнях, включених на дату опублікування до переліку наукових фахових видань України; **10** статтях у періодичних наукових виданнях, проіндексованих у базах даних Web of Science Core Collection та/або Scopus, з яких **10** статей у виданнях, віднесених до першого – третього квартилів (Q1–Q3) відповідно до класифікації SCImago Journal and Country Rank або Journal Citation Reports; **0** патентів на винахід, що пройшли кваліфікаційну експертизу та безпосередньо стосуються наукових результатів дисертації; **0** патентів України на корисну модель; **0** одноосібних монографій, що рекомендовані до друку Вченою радою КПІ ім. Ігоря Сікорського та пройшли рецензування. Також результати дисертації були апробовані на **7** наукових міжнародних конференціях. Дисертація здобувача не містить елементів плагіату чи фальсифікації, а схожість тексту з відкритими

джерелами є мінімальною. Всі основні наукові результати, представлені в дисертаційній роботі здобувача, повністю відображено в його наукових публікаціях. Їх високий рівень обумовлений належністю науково-періодичних видань, в яких опубліковано статті здобувача, до першого-третього квартилів.

Недоліки та зауваження до дисертаційної роботи.

Попри вищезазначений високий науковий рівень представленого дослідження, до дисертаційної роботи здобувача є наступні зауваження:

- 1) Одним з основних експериментальних результатів роботи, на мій погляд, є підвищення корозійної стійкості досліджуваних наносистем під дією низькоенергетичного йонного опромінення. Одним з факторів, що може впливати на корозійну стійкість металу у масивному стані, вважається поява внаслідок імплантації інертного газу поверхневих захисних плівок різного складу. Тому доцільно було б використати не тільки Оже-електронну спектроскопію, але і метод рентгенівської фотоелектронної спектроскопії.
- 2) Вихідний стан багатошарових структур характеризується автором як такий, що має чіткі межі розподілу між шарами чистих металів (Наприклад, стор. 97, останній абзац: «дані пошарового аналізу підтверджують наявність чітких меж розподілу». Але Рис. 3.20 а та в свідчать про існування області із змішаними компонентами в районі меж розподілу, товщину яких можна оцінити як приблизно 10 нм. Аналіз такої оцінки структури плівок у роботі відсутній.
- 3) В третьому розділі наведено експериментальні результати для двох типів взаємодії йонного пучка з поверхнею, які автор називає «неперервним» та «імпульсним». З текста роботи незрозуміло в чому полягає принципова відмінність таких підходів, а також відсутній аналіз літературних джерел щодо необхідності застосування саме таких типів опромінення.
- 4) В Розділі 3 під час обговорення результатів зовсім відсутнє порівняння одержаних результатів з існуючими літературними даними.

Водночас, варто відзначити, що наведені вище зауваження та недоліки не зменшують високий науковий рівень дисертаційної роботи здобувача та не впливають на її загальну позитивну оцінку.

Висновок про дисертаційну роботу.

Вважаю, що дисертаційна робота здобувача ступеня доктора філософії Круглова Івана Олександровича на тему «Вплив комплексної йонної та термічної обробки на структурно-фазові перетворення у функціональних плівкових композиціях із нанорозмірними шарами Ni, Cu, Cr, V» виконана на високому науковому рівні, не порушує принципів академічної доброчесності та є закінченим науковим дослідженням, результати якого мають суттєве значення для галузі знань «13 Механічна інженерія».


Дисертаційна робота за актуальністю, практичною цінністю та науковою новизною повністю відповідає вимогам чинного законодавства України, що

передбачені в п. 6–9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44.

Здобувач Круглов Іван Олександрович заслуговує на присудження ступеня доктора філософії в галузі знань «13 Механічна інженерія» за спеціальністю «132 Матеріалознавство».

Офіційний опонент:

Провідний науковий співробітник
лабораторії спектроскопії твердого тіла
Інституту металофізики
ім. Г.В. Курдюмова НАН України,
доктор фізико-математичних наук,
професор

 Ю. В. КУДРЯВЦЕВ
«03» 04 2023 року

Підпис Ю.В. Кудрявцева засвідчую
Учений секретар Інституту металофізики
ім. Г.В. Курдюмова НАН України
кандидат фізико-математичних наук



 М. І. САВЧУК