

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу ПОЛЯКОВА Максима Викторовича
"Структура и свойства тонких пленок CoCrFeNiTi, CoCrFeNiCu, синтезированных методом магнетронного напыления из многокомпонентных мишеней", представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.17 –«Материаловедение »

Диссертационная работа М.В.Полякова посвящена разработке и получению тонких пленок высокоэнтропийных сплавов систем Co-Cr-Fe-Ni-Ti и Co-Cr-Fe-Ni-Cu, исследованию их структуры и свойств, а также анализу возможности применения этих материалов для создания новых тонкопленочных резистивных элементов. Большой интерес к подобным исследованиям высокоэнтропийных сплавов связан с перспективами использования таких материалов в различных областях техники и электроники. В диссертационной работе предложен новый подход к получению этих материалов, позволяющий упростить процесс подготовки мишеней без ухудшения свойств получаемых пленок, а также определить параметры термической стабильности получаемых образцов, что имеет принципиальную важность для оценки температурных диапазонов практического применения и долговечности. Такие исследования лежат в русле общих задач создания новых материалов с высокими физико-химическими свойствами, поэтому тематика диссертационной работы является, несомненно, важной и **актуальной**.

Диссертация состоит из введения, 5 глав, основных выводов работы и списка цитируемой литературы. К работе также приложен полученный автором патент на способ получения высокоэнтропийной тонкой пленки на диэлектрической подложке. Диссертация изложена на 174 страницах, содержит 19 таблиц, 89 рисунков, список литературы включает 144 наименования.

Первая глава представляет собой обзор литературных данных, касающихся методов получения высокоэнтропийных сплавов, сравнительного анализа разных способов получения тонких пленок из высокоэнтропийных сплавов, термической стабильности пленок разного состава. Отмечено небольшое количество исследований физических свойств таких пленок. На мой взгляд, приведенный обзор адекватно отражает существующий уровень развития исследований этих материалов, проблемы, связанные с получением тонких пленок разного химического состава, их стабильностью, и из него логично вытекают поставленные в работе задачи исследования.

Вторая глава, «Материалы и методы исследования» посвящена описанию разных методов получения изучаемых материалов, а также исследовательских методик. Следует отметить, что автором были использованы как разные структурные методы исследования полученных образцов: рентгеноструктурный анализ, сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, Оже электронная спектроскопия, так и электрические измерения и оценка коррозионной стойкости. Основным методом получения пленок являлся синтез мишени методом горячего прессования из смеси порошков металлов и из высокоэнтропийного сплава. Несомненным положительным моментом является использование для рентгеноструктурного анализа излучения с разной длиной волны, что особенно важно при изучении структуры подобных многокомпонентных образцов.

В трех следующих главах представлены основные полученные результаты.

Третья глава «Получение и исследование многокомпонентных мишеней для магнетронного напыления пленок» касается изучения структуры и термической стабильности материалов многокомпонентных мишеней, полученных горячим прессованием из смесей элементарных порошков, а также из порошка высокоэнтропийного сплава. Автором проанализированы структуры, фазовый состав и термическая стабильность мишеней разного состава - полностью однофазных и содержащих вторую фазу, определены условия формирования одно- или двухфазной структуры, показано, например, что пятикомпонентная фаза, образовавшаяся после отжига, имеет химический состав $\text{Co}_{0.23}\text{Cr}_{0.23}\text{Fe}_{0.23}\text{Ni}_{0.23}\text{Cu}_{0.08}$ и является стабильной высокоэнтропийной фазой.

В *четвертой главе* «Получение многокомпонентных пленок методом магнетронного напыления и исследование их свойств» основное внимание уделено исследованиям влияния времени и мощности напыления мишеней на основе высокоэнтропийных сплавов на структуру и морфологию тонких пленок, электрические и термоэлектрические свойства, проведены также оценки термической стабильности и коррозионной стойкости. На мой взгляд, это самая интересная часть работы. Полученные результаты позволяют установить корреляцию между структурными параметрами и свойствами исследуемых материалов.

Пятая глава «Изготовление и изучение резистивных структур на основе $\text{Co}_{0.22}\text{Cr}_{0.23}\text{Fe}_{0.29}\text{Ni}_{0.2}\text{Ti}_{0.06}$ » носит наиболее прикладной характер. В ней описаны операции по изготовлению резистивных структур (интегральный чип-резистор) на основе $\text{Co}_{0.22}\text{Cr}_{0.23}\text{Fe}_{0.29}\text{Ni}_{0.2}\text{Ti}_{0.06}$, а также представлены результаты исследований морфологии, состава и электрических свойств данных структур в диапазоне температур от -196 до 227 °С.

К числу наиболее интересных результатов, полученных в работе, следует отнести экспериментальное определение возможности изменения свойств пленок в широком диапазоне величин за счет изменения времени и мощности напыления. При этом было установлено, что для получения тонких пленок (толщиной менее 300 нм) можно использовать мишени, приготовленные из простой смеси порошков, это позволяет упростить процедуру изготовления пленок без заметного снижения их свойств.

Несомненно, важным результатом является разработка и создание серии из 24 экспериментальных образцов с 12 различными топологиями, сформированными на кремниевой пластине с термическим отжигом по планарной технологии, путем лазерной литографии. Полученные образцы характеризовались высокой термической стабильностью и достаточно однородной аморфной структурой с небольшим количеством нанокристаллических включений и сохраняли свою структуру до 400 °С. Наиболее стабильный температурный коэффициент сопротивления был достигнут при температуре отжига 127 °С.

В работе имеется и ряд других интересных данных. В целом, диссертация сделана на высоком экспериментальном и теоретическом уровне и представляет собой законченную научно-исследовательскую работу. Следует отметить, что отличительной чертой обсуждаемой работы является ее комплексный характер, заключающийся в сочетании исследовательской и практической работы. Использование большой группы исследовательских методик, включающих методы исследования как структуры, так и физических свойств, обеспечивает высокую **достоверность** полученных результатов.

Научная новизна полученных результатов, связанная с установлением закономерностей влияния режимов магнетронного напыления на морфологию, структуру и химический состав тонких пленок на основе ВЭС, определением термической стабильности пленок, корреляции структуры со свойствами, а также изготовлением резистивных структур не вызывает сомнений.

Практическая значимость работы обусловлена разработанными новыми методами получения и оптимизации свойств тонких пленок высокоэнтропийных сплавов систем Co-Cr-Fe-Ni-Ti и Co-Cr-Fe-Ni-Cu, перспективными для создания новых тонкопленочных резистивных элементов, она подтверждается также полученным патентом на способ получения высокоэнтропийных пленок на диэлектрической подложке (патент РФ на изобретение № 2828417 от 11 октября 2024 г.).

Результаты диссертационной работы опубликованы в 4 статьях в авторитетных научных журналах и прошли апробацию в ходе докладов на многочисленных международных и национальных конференциях, что также подтверждает их **значимость**.

Диссертационная работа М.В.Полякова, как любая большая исследовательская работа, не свободна от недостатков. В качестве замечаний нужно отметить следующие:

1. Наибольшая часть замечаний касается анализа рентгенограмм. Несомненным достоинством работы является, как уже отмечалось выше, использование излучения с разной длиной волны, однако соответствующие рентгенограммы «разбросаны» по тексту диссертации и практически никак не обсуждаются причины использования того или иного излучения.
2. Рисунок 3.9 – «Дифрактограмма мишени $\text{Co}_{0.22}\text{Cr}_{0.23}\text{Fe}_{0.29}\text{Ni}_{0.2}\text{Ti}_{0.06}$: (а) слой, синтезированный из смеси порошков, приготовленный в барабанном смесителе; (б) слой, приготовленный из порошка ВЭС, полученного механическим сплавлением в планетарной мельнице». Всего по нескольким линиям (для разумной интерпретации пригодны 6-8 линий) определено присутствие 4 фаз, причем содержание одной из них составляет 1%. Вообще говоря, это выходит за точность данной методики.
3. Стр. 79. «В результате проведенного полнопрофильного анализа дифрактограммы установлено, что уширение рефлексов гранецентрированной кубической фазы обусловлено микроискажениями кристаллической решетки, а не уменьшением размеров областей когерентного рассеяния». Уширение отражений может быть обусловлено рядом причин, важнейшими из которых являются также дефекты упаковки, дислокации, однако их возможной вклад в уширение никак не обсуждается.
4. Стр. 80 и Таблица 3.1. Параметр решетки определен до четвертого (и даже пятого) знака после запятой в ангстремах. Между тем, качество линий на рентгенограммах (в том числе некоторая несимметричность отражений, обусловленная присущими образцам микроискажениями и другими структурными дефектами), не позволяет получить значения такой точности.
5. В целом, работа написана хорошим русским языком, однако в ней работе имеется ряд неточностей или не всегда корректного использования терминологии, например,

- не очень понятно определение «высокая степень энтропии смешения» (стр. 6), что это такое?;
- что такое «активная кристаллизация»? (стр. 104);
- таблица 2.5, характеристика образцов дана на разных языках, в ней одновременно присутствуют «все образцы» и «Specimen 1»;
- химической состав образцов и/или фаз вперемешку приводится то в массовых процентах (например, стр. 80 или стандартные программы анализа рентгенограмм), то в атомных (например, стр. 90, 99 и др.)

6. В работе встречаются опечатки и стилистические ошибки.

Отмеченные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей положительной оценки работы. Автореферат и опубликованные работы достаточно полно отражают содержание диссертации.

По актуальности тематики, обоснованности выводов, новизне и достоверности полученных результатов диссертационная работа Полякова М.В. "Структура и свойства тонких пленок CoCrFeNiTi, CoCrFeNiCu, синтезированных методом магнетронного напыления из многокомпонентных мишеней", несомненно, является законченным исследованием, полностью удовлетворяет требованиям ВАК, соответствует паспорту специальности 2.6.17 – «Материаловедение» и отвечает требованиям, п.п. 9-14 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Поляков Максим Викторович, несомненно, заслуживает присуждения искомой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – «Материаловедение».

Главный научный сотрудник
Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Институт физики твердого тела
имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук,
доктор физико-математических наук

Подпись Г.Е. Абросимовой заверяю:
Ученый секретарь ИФТТ РАН,
кандидат физ.-мат. наук



(Handwritten signature)
Г.Е. Абросимова

03.02.2025

А.Н. Терещенко

Сведения об оппоненте:
Абросимова Галина Евгеньевна;
Доктор физико-математических наук,
Специальность 01.04.07 «физика конденсированного состояния»
Звание: доцент,
Главный научный сотрудник
Федерального государственного бюджетного учреждения
науки Институт физики твердого тела имени
Ю.А.Осипьяна Российской академии наук
142432 Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипьяна, д. 2;
7 496 522 8462; E-mail: gea@issp.ac.ru;