

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

член-корр. РАН Колмаков А.Г.

«1» ноября 2018 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертацию **Егорова Григория Петровича** на тему
**«МЕХАНИЧЕСКИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНКАХ ПРИ
МАГНЕТРОННОМ ОСАЖДЕНИИ»**,

представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Металлические тонкие плёнки в настоящее время широко применяются практически во всех областях современной науки и техники. Прежде всего, в микро- и нанoeлектронике при производстве интегральных микросхем полупроводниковых приборов, элементов СВЧ техники, магнитных плёночных элементов памяти компьютеров, сверхпроводящих плёнок, покрытий экранов электронно-лучевых трубок, фотоэлектронных умножителей и др. Они также используются в оптике в качестве фильтрующих покрытий, и машиностроении для антикоррозионных и упрочняющих покрытий. В медицине тонкие пленки нашли применение при изготовлении асептических повязок, покрытий на имплантах и протезах. Одной из основных причин выхода из строя изделий с металлическими покрытиями является их разрушение за счет отслоения и растрескивания, которое наступает, в большинстве случаев, в результате возникновения внутренних механических напряжений. Знание причин возникновения механических напряжений (их природы), прежде всего, на этапе их изготовления, и кинетики разрушения тонких пленок является необходимым условием прогнозирования их работоспособности. В связи с этим актуальность и востребованность рецензируемой работы сомнений не вызывает.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, общих выводов по работе, библиографии, шести приложений. Она изложена на 154 страницах, содержит 78 рисунков, 9 таблиц и 181 наименование использованных литературных источников.

Во введении дана общая характеристика диссертационной работы, обоснована актуальность темы, выделены основные положения, составляющие ее научную новизну; сформулированы практическая значимость работы, ее цели и задачи, основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор современных методов получения тонкопленочных материалов и результатов исследований в них внутренних механических напряжений. Среди используемых в настоящее время методов получения тонких пленок, как наиболее перспективный, диссертант рассматривает метод магнетронного распыления (МРС), позволяющий получать пленки в широком диапазоне скоростей осаждения, однородные по своей структуре.

Ключевым моментом в понимании процесса возникновения напряжений в тонких пленках является выработка представлений о механизмах роста пленок на подложках и формирования структуры. Диссертант выделяет три основных механизма роста пленок на подложке: трехмерный (3D) островковый рост (механизм Фольмера-Вебера), двумерный (2D) послойный рост (механизм Франка-ван дер Мерве), и третий механизм Странски-Крастанова. Независимо от того, по какому механизму происходит рост плёнок, его можно разделить на несколько стадий: зародышеобразование, рост островков, коалесценция островков, формирование поликристаллических островков и каналов, развитие непрерывной структуры и рост толщины. Влияние параметров осаждения на конечную структуру и морфологию плёнки нашло отражение в структурно-зонных моделях (СЗМ), позволяющих классифицировать плёнки в соответствии с их микроструктурой, в сильной степени зависящей от поверхностной подвижности осаждаемых атомов и температуры поверхности роста.

Внутренние механические напряжения в пленках связываются автором диссертации со следующими факторами: структурой самой пленки; границей раздела пленка – подложка; границей раздела пленка – вакуум. Среди методов определения напряжений в тонких пленках он выделяет два метода. Первый основан на измерении кривизны подложки, которая изгибается в результате действия напряжений в пленке, возникающих при напылении. Второй – на непосредственном измерении упругой деформации в пленке с помощью рентгеновской дифракции. Существенным недостатком рентгеновских методов является невозможность их применения во время осаждения. Методы, основанные на из-

мерении радиуса кривизны подложки, предоставляют такую возможность. В рамках этого метода использование оптических датчиков может быть ограничена в связи со сложностью применяемого оборудования и отладки датчика, значительно проще в эксплуатации емкостные датчики.

Вторая глава содержит достаточно подробное описание экспериментальной установки для нанесения покрытий с использованием метода магнетронного распыления, и методики проведения эксперимента. В этой установке используется т.н. атомарно-диспергирующая система (АДС) – магнетронная распылительная система с дополнительным разрядом, для реализации которого разработан специальный канал в системе подачи газа.

Для измерения механических напряжений, возникающих во время осаждения тонких пленок «in-situ», диссертантом было спроектировано и изготовлено измерительное устройство, применяемое для определения прогибов консольной балки, в основу которого положен емкостной датчик. В качестве датчика использован конденсатор, образованный двумя обкладками, одна из которых в течение всего эксперимента остается неподвижной, а вторая, прикрепленная к образцу, перемещается во время осаждения тонких пленок. В диапазоне измерений от 0 до 300 мкм чувствительность прибора составляет 10 Гц/мкм, при этом приборная погрешность составляет величину ± 0.1 мкм. При относительной простоте датчика полученная чувствительность является соизмеримой с чувствительностью оптических датчиков, что подчеркивает хорошую методическую проработку данной части эксперимента.

В этой главе диссертации отражены основные этапы проведения эксперимента: подготовка и установка подложки, градуировка измерительного устройства, измерение толщин пленок и расчет средних напряжений в пленках.

В третьей главе приведены экспериментально полученные закономерности изменения напряжений от таких параметров, как скорость и время напыления для различных сочетаний материалов пленка/подложка: Cu/Cu, Al/Cu, Ti/Cu, Ta/Cu, Ag/Cu, Cu/стекло, Al/стекло, Ti/стекло, Ta/стекло, Ag/стекло. Показано, что в качестве параметра, определяющего напряжения, возникающие в пленках при увеличении их толщины в процессе напыления, может быть использована величина нормированной скорости роста усилий. Рассмотрены особенности изменения этого параметра в зависимости от толщины напыляемой пленки для всех исследованных металлов. Отмечается, что эти зависимости существенно отличаются по своему характеру для пленок, напыленных на стеклянные и медные подложки: напряжения на стеклянной подложке больше напряжений на медной под-

ложке. Как оказалось, в пленках большинства исследованных металлов (Al, Cu, Ag и Ta) действуют сжимающие напряжения, за исключением пленок титана, в которых зафиксированы растягивающие напряжения. Установлено, что остановка процесса напыления и напуск атмосферы в рабочую камеру, как правило, приводят к снижению уровня напряжений.

В четвертой главе проведен анализ полученных результатов и постадийно рассмотрены механизмы возникновения напряжений. В рамках этого анализа рассмотрены возможные причины изменения напряжений после остановки процесса осаждения пленок, во время напуска воздуха. Обсуждается предложенный автором механизм отслоения пленок.

Воспринимается, как достаточно очевидное объяснение возникновения напряжений на начальной стадии роста пленок, исходя из капельной модели, согласно которой закритические зародыши следует рассматривать, как изолированные капли на поверхности подложки, в зависимости от отношения коэффициентов поверхностного натяжения пленка/подложка $\kappa = \gamma_f / \gamma_s$, стягивающие или растягивающие ее поверхностные слои. Значительно большую осторожность диссертант проявляет при рассмотрении возможных причин возникновения напряжений на стадии пост-коалесценции. Среди факторов, стимулирующих возникновение напряжений на этой стадии, он рассматривает такие, как примеси, формирование метастабильных структур, параметры зеренной структуры. Как было показано при исследовании, в том числе пленок алюминия, одним из факторов, определяющих уровень напряжений, возникающих на этой стадии, служит протяженность межзеренных границ. В пленках с мелкозеренной структурой и большой протяженностью границ уровень напряжений выше.

Далее Г.П.Егоров подробно анализирует возможные причины возникновения эффектов, фиксировать которые оказалось возможным только с использованием сконструированного им измерителя напряжений, функционирующего непосредственно во время напыления пленок: при остановке процесса осаждения, вследствие напуска атмосферы и в момент начала отслоения пленок от подложки. Предложенная им модель выхода дислокаций из материала подложки на поверхность воспринимается как достаточно вероятная, однако, очевидно, она требует обоснований путем электронно-микроскопических исследований.

В ходе выполнения диссертационной работы ее результаты были своевременно доложены и обсуждены на восьми Всероссийских и Международных конференциях. Основные результаты работы опубликованы в 13 печатных работах, 5 из которых статей в журналах, рекомендованных ВАК. Они не противоречат существующим представлениям и

литературным данным. Содержание автореферата соответствует основным положениям диссертации.

По работе необходимо сделать следующие замечания.

1. Очень скупо изложена методика подготовки поверхностей подложек к напылению. Указывается, что поверхности протравливались. Применялась ли еще какая-то обработка.

2. На стр. 56 диссертации указывается "Шероховатость поверхности подложки контролировалась с помощью профилографа-профилометра...", но при этом ни в тексте ни в Приложениях к диссертации не приведено ни одной профилограммы. К тому же, шероховатость медных образцов указана (класс чистоты 8), а чистот стеклянных образцов остается под вопросом.

3. Модели для оценки напряжений на различных стадиях формирования пленки: на начальной стадии – «капельная», для сплошной пленки – модель, связанная с границами зерен, не являются новыми в физике тонких пленок. Данные модели были предложены и рассмотрены достаточно давно различными группами ученых.

Сделанные замечания не снижают качества диссертации Егорова Г.П., не влияют на ее общую положительную оценку и не подвергают сомнению ее научную и практическую ценность.

С помощью разработанной автором диссертации аппаратуры (датчик механических напряжений, АДС) он исследовал закономерности возникновения и изменения напряжений в процессе напыления методом магнетронного распыления практически важных пленок, и получил новые данные, необходимые для оценки их эксплуатационных характеристик.

Практическая значимость результатов и выводов диссертационной работы определяется тем, что разработанный диссертантом измеритель напряжений будет востребован при диагностике напряжений, возникающих в пленках в процессе их напыления и отслоения от подложки. Материалы диссертации могут быть использованы в учебном процессе при подготовке специалистов по направлению «Материаловедение и технологии материалов» НИЯУ «МИФИ».

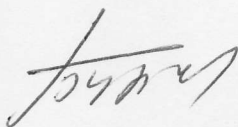
Диссертация Егорова Григория Петровича «Механические напряжения в металлических пленках при магнетронном осаждении» выполнена на высоком научном уровне. Она является законченной научно-квалификационной работой, содержащей развитие актуального научного направления Физика пленочных материалов. Проведенные исследования и полученные в диссертационной работе результаты в полной мере соответствуют формуле специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния. Диссертация по

своему объему, достигнутым результатам удовлетворяет требованиям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния, а ее автор Егоров Г.П. заслуживает присуждения ему соответствующей степени.

Результаты диссертационной работы могут быть использованы при разработке технологических процессов получения тонкопленочных изделий с контролируемыми механическими характеристиками на предприятиях машиностроения, микроэлектронной отрасли, атомной промышленности (ГК «Микрон» г. Зеленоград, АО «Ангстрем», ОАО «Твэл» г. Москва), а также в учебном процессе и научно-исследовательских лабораториях Национального исследовательского технологического университета «МИСиС», Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ», Томского политехнического университета, Новосибирского государственного технического университета, Института электрофизики УрО РАН.

Диссертационная работа Егорова Г.П. была заслушана, обсуждена и одобрена на заседании Секции по металловедению и металлофизике Ученого совета ИМЕТ РАН (протокол №3 от 1 ноября 2018 года).

Председатель секции
член-корр. РАН



Г.С.Бурханов

Секретарь секции
к.т.н.



И.О.Банньих