

УТВЕРЖДАЮ

Директор Федерального
государственного бюджетного
учреждения науки Института
структурной макрокинетики и проблем
материаловедения Российской академии
наук, член-корреспондент РАН

М.И. Альмов

26 ноября 2014 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу Алтунина Романа Руслановича «Фазообразование при твердофазных реакциях в тонких пленках на основе Al/Au и Fe/Si», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертационная работа Алтунина Р.Р. посвящена изучению фазообразования в процессе твердофазных реакций в тонких пленках на основе Al/Au и Si/Fe/Si методами *in situ* просвечивающей электронной микроскопии и дифракции электронов.

Актуальность работы обусловлена тем, что миниатюризация современных электронных устройств привела к появлению тонкопленочных компонентов, толщина которых достигает нескольких десятков нанометров. При этом, стабильность физических свойств тонкопленочных систем определяет надежность микроэлектронных устройств. Это становится

особенно важно потому, что в тонкопленочных системах твердофазные реакции могут протекать при температурах $0,1\text{--}0,5 \times T_{\text{плав.}}$. В результате твердофазных реакций образуются новые соединения с физико-химическими свойствами отличными от исходных материалов. С фундаментальной точки зрения представляет интерес установление температуры инициирования твердофазной реакции в тонкопленочных системах при непродолжительном нагреве, а также установление фазовой последовательности при твердофазной реакции, т.к. существующие теоретические модели расчета фазовых последовательностей далеко не всегда правильно их предсказывают.

Диссертация состоит из введения, пяти разделов, заключения и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 121 странице и включает 46 рисунков и 15 таблиц. Список цитируемой литературы включает 114 наименований.

Отличительной чертой настоящей работы является то, что большую часть исследований в представленной диссертационной работе, проводили методами *in situ* просвечивающей электронной микроскопии и дифракции электронов, при этом термический нагрев образцов осуществляли непосредственно в колонне просвечивающего электронного микроскопа. Следует отметить, что тонкие пленки Al/Au получены лично соискателем настоящей диссертационной работы.

Проведена большая работа по изучению фазообразования в процессе твердофазных реакций в тонких пленках на основе Al/Au и Fe/Si. Исследованы температуры начала твердофазных реакций и последовательности образования фаз в процессе термического нагрева образцов. В результате выполнения работы построены схематичные диаграммы, подробно демонстрирующие последовательности образования фаз в тонких пленках на основе Al/Au и Fe/Si в процессе твердофазной реакции, инициированной термическим нагревом. Проведена оценка

усредненных коэффициентов диффузии через слой продуктов реакции в исследованных двухслойных Al/Au и трехслойных пленках Si/Fe/Si.

Исследовано фазообразование при твердофазной реакции в тонких пленках Si/Fe/Si (толщины индивидуальных слоев кремния ≈ 25 нм, железа ≈ 15 нм) в процессе термического нагрева. Начало процесса твердофазной реакции в пленках Si/Fe/Si регистрируется при температуре $\approx 450^{\circ}\text{C}$. Исследования процессов твердофазных реакций непосредственно между слоями железа и кремния в мультислойной системе (Fe/Si)₃ проведены в геометрии поперечного сечения. Толщины индивидуальных слоев составляли: Fe $\approx 9,6$ нм, Si $\approx 1,8$ нм. Анализ изменений электронно-микроскопических изображений в процессе нагрева позволил установить температуру начала твердофазной реакции в мультислойной системе (Fe/Si)₃, которая составила $\approx 350^{\circ}\text{C}$. Сделано предположение, что более низкая температура инициирования твердофазной реакции в системе (Fe/Si)₃ по сравнению с исследованными пленками Si/Fe/Si обусловлена меньшей толщиной слоя железа.

Особую научную ценность имеет пятая глава диссертации, т.к. информация о взаимодействии между тонкими слоями силицидов железа и монокристаллическим кремнием крайне ограничена. В диссертационной работе исследована термическая стабильность и фазообразование при твердофазной реакции между эпитаксиальной пленкой Fe₃Si(111), толщиной ≈ 20 нм, и подложкой Si(111). Показано, что при непродолжительном термическом отжиге (до 1 ч) данная система является термически стабильной вплоть до 400°C . Установлено, что процесс твердофазной реакции между эпитаксиальной пленкой Fe₃Si(111) и монокристаллической подложкой Si(111) начинается с образования фаз ϵ -FeSi и β -FeSi₂ в процессе термического отжига при 450°C . Установлено, что рост фаз ϵ -FeSi и β -FeSi₂ происходит с когерентной ориентацией по отношению к исходным фазам Fe₃Si и Si.

Наиболее значимые результаты, полученные автором, состоят в том, что:

1. Построена схематичная диаграмма, подробно демонстрирующая последовательность образования фаз в тонких пленках Al/Au в процессе твердофазной реакции, инициированной термическим нагревом.
2. Исследована термическая стабильность и фазообразование при твердофазной реакции между эпитаксиальной пленкой $\text{Fe}_3\text{Si}(111)$ толщиной ≈ 20 нм и подложкой $\text{Si}(111)$.

Практическая ценность работы заключается в определении безопасного температурного диапазона работы микроэлектронных устройств и приборов, использующих в своей конструкции тонкие слои и соединения на основе Al/Au и Fe/Si.

Результаты работы можно рекомендовать для использования в научных и учебных организациях, в которых ведутся исследования по сходной тематике: Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова», Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт физики полупроводников им. А.В.Ржанова» Сибирского отделения Российской академии наук, Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет», Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет» и других образовательных и производственных организациях.

По содержанию диссертационной работы можно сделать следующие замечания:

1. При описании многослойной системы $(\text{Fe}/\text{Si})_3$ во второй главе диссертации не указано исходное атомное соотношение железа и кремния. Не совсем

понятно, какую фазу планировали получить в результате твердофазной реакции в этой системе.

2. Во вторую главу диссертации следовало бы добавить схему экспериментальной установки и держателя для нагрева образцов.

3. При обсуждении результатов, полученных в четвертой главе не объясняется, почему в процессе твердофазной реакции в трехслойных пленках Si/Fe/Si не происходит формирование фаз Fe_3Si и Fe_5Si_3 .

4. Не оценено влияние различных скоростей нагрева на фазообразование при твердофазных реакциях в двухслойных пленках Al/Au и трехслойных Si/Fe/Si.

Указанные замечания, однако, не снижают общей положительной оценки диссертационной работы. Выводы, сделанные в работе, представляются обоснованными, а результаты достоверными.

Доклад Алтунина Р.Р. по материалам диссертационной работы был заслушан на семинаре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук 24 ноября 2014 г, протокол №9. По результатам обсуждения диссертация получила положительную оценку. Результаты работы достаточно полно опубликованы в рецензируемых научных изданиях, рекомендуемых ВАК РФ, а также неоднократно представлены на российских и международных научных конференциях. Автореферат достаточно полно отражает содержание диссертации и представленные в ней выводы.

Считаем, что диссертационная работа «Фазообразование при твердофазных реакциях в тонких пленках на основе Al/Au и Fe/Si» по своей актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований и практической значимости полученных результатов удовлетворяет пункту 9 "Положения о присуждении ученых степеней", утверждённого

постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 года, а ее автор Алтунин Роман Русланович заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Старший научный сотрудник
ИСМАН, к.ф.-м.н.

Н.Ф.Шкодич

Ученый секретарь ИСМАН, к.ф.-м.н.

О.К. Камынина

СПИСОК
 опубликованных научных работ сотрудников
 Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института структурной
 макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук

| № п/п | Наименование работы | Вид работы | Выходные данные | Соавторы |
|----------|--|------------|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | Influence of the high energy ball milling on structure and reactivity of the Ni+Al powder mixture | статья | Journal of Alloys and Compounds. - 2013. - Vol. 577. - P. 600-605 | Rogachev A. S. Shkodich N. F. Vadchenko S. G. Kovalev D. Y. Rouvimov S. Nepapushev A. A. Mukasyan A. S. Baras F. |
| 2 | Microstructure development during NiAl intermetallic synthesis in reactive Ni-Al nanolayers: numerical investigations vs. TEM observations | статья | Surface and Coatings Technology. - 2013. - V. 215. - P. 485-492 | Politano O. Baras F. Mukasyan A. S. Vadchenko S. G. Rogachev A.S. |
| 3 | Solution combustion synthesis of nano-crystalline metallic materials: mechanistic studies | статья | Journal of Physic Chemistry C. - 2013. - V. 117. - No. 46. - P. 24417-24427 | Manukyan K. V. Cross A. Wolf E. E. Mukasyan A. S. Roslyakov S. Rogachev A.S. Rouvimov S. |
| 4 | Structure evolution and reaction mechanism in the Ni/Al reactive multilayer nanofilms | статья | Acta Materialia. - 2014. - V. 66. - P. 86-96 | Rogachev A.S. Vadchenko S. G. Sachkova N. V. Baras F. Politano O. Rouvimov S. Mukasyan A. S. |
| 5 | Reactivity of mechanically activated powder blends: role of micro and nano structures | статья | International Journal of Self-Propagating High-Temperature | Rogachev A.S. Shkodich N.F. Vadchenko S. G. |

| | | | | |
|----|--|--------|--|---|
| | | | Synthesis. - 2013. - V. 22. - No. 4. - P. 210-216 | Sachkova N. V. Boyarchenko O. D. Baras F. Chassagnon R. |
| 6 | Многослойные наноструктурные тепловыделяющие покрытия. Получение и аттестация механических и трибологических свойств | статья | Металлург. - 2010. - Т. 9. - С. 66-74 | Левашов Е.А. Петржик М.И. Тюрина М.Я. Кирюханцев-Корнеев Ф.В. Цыганков П.А. Рогачев А.С. |
| 7 | Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нанопорошков карбида кремния | статья | Доклады Академии наук. - 2013. - Т. 449. - № 2. - С. 176 | Московских Д. О. Мукасъян А. С. Рогачев А.С. |
| 8 | SHS of TiC-TiNi composites: effect of initial temperature and nanosized refractory additives | статья | International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. - 2012. - V. 21. - No. 4. - P. 202-211 | Pogozhev Y. S. Potanin A. Y. Levashov E. A. Kochetov N. A. Kovalev D. Y. Rogachev A.S. |
| 9 | Unsteady transformations in thin two-component films: a model takin into account random particle size distribution | статья | International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. - 2012. - V. 21. - No. 2. - P. 75-82 | Krishenik P. M. Rogachev S. A. Shkadinsky K. G. |
| 10 | Size effect in the structure and properties of condensed matter | статья | Journal of Structural Chemistry. - 2011. - Vol. 52. - No. 3. - P. 602-615 | Batsanov S. S. |
| 11 | Получение, электропроводность и газочувствительные свойства тонких пленок феррита никеля | статья | Доклады Академии наук. - 2012. - Т. 444. - № 4. - С. 396 | Бусурин С. М. Цыганков П. А. Бусурина М. Л. Ковалев И. Д. Боярченко О. Д. Сачкова Н. В. Сычев А. Е. |

| | | | | |
|----|---|--------|--|---|
| 12 | Synthesis of copper ferrite nanoparticles | статья | Inorganic Materials. - 2013. - V. 49. - No. 6. - P. 606-615 | Kuznetsov M. V. Morozov Y. G. Belousova O. V. |
| 13 | Исследование процессов зернограничного и межфазного проскальзывания в наноламинатах системы Cu/Nb | статья | Российские нанотехнологии. - 2013. - Т. 8. - № 11-12. - С. 91-95 | Клименко Д. Н. Колобов Ю. Р. Карпов М. И. Моржов В. П. Голосов Е. В. Раточка И. В. |
| 14 | Определение оптимальных условий синтеза в тройной системе Ti-Al-N для получения продуктов, содержащих наибольшее количества MAX-фаз | статья | Башкирский химический журнал. - 2012. - Т. 19. - № 4. - С. 162-165 | Колесников С. И. Кондаков А. А. Милосердов П. А. Новицкий И. М. Бардин М. А. |
| 15 | Размерный эффект в строении и свойствах конденсированных веществ | статья | Журнал структурной химии. - 2011. - Т. 52. - № 3. - С. 618-630 | Бацанов С. С. |

Список верен:

Ученый секретарь ИСМАН,
к.ф.-м.н.

О. К. Камынина

