

ОТЗЫВ

официального оппонента Кондрашовой Натальи Борисовны на диссертационную работу Минкина Александра Михайловича «Технологические основы формообразования чувствительного элемента из кварцевого стекла методом химического травления через текстурированное молибденовое покрытие», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ

1. Актуальность темы диссертации

Одним из основных направлений современного развития отечественной промышленности является создание конкурентно способных наукоемких технологий получения и обработки неорганических веществ и материалов.

Современные технологии изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов позволяют с высокой точностью получать малоразмерные детали сложной формы, такие как дифракционные решетки, конструкционные элементы микрогироскопов, микроакселерометров. Применение технологии травления высокочистого оксида кремния, в частности, жидкостного травления в растворе плавиковой кислоты, ограничивают точечные дефекты и дефекты в виде надрезов, которые появляются на краях вытравленных структур. В первую очередь, проблема заключается в том, что данная технология требует высокую степень чистоты воздуха в рабочих помещениях, оборудования, оснастки, чтобы исключить попадание частиц на подложку, однако, и при выполнении этого требования высокое качество деталей не всегда удается обеспечить. Возникает необходимость экспериментального исследования в направлении регулирования основных технологических свойств материала защитного покрытия. Поэтому разработка современной технологии, позволяющей удешевить процесс производства и обеспечить соблюдение технических требований, предъявляемых к деталям из кварцевого стекла сложной конфигурации, несомненно, является актуальной задачей.

2. Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы базируются на фундаментальных представлениях физической и неорганической химии. Достоверность результатов обеспечивается применением современного оборудования, и апробированных методов исследования, подтверждается согласованностью и воспроизводимостью экспериментальных данных, а также квантово-химическим моделированием адсорбции атомов молибдена на поверхности (001) α -кварца, выполненным методом теории функционала плотности в программе Quantum Espresso v.6.3.

3. Научная новизна основных положений диссертационной работы

К новым научным результатам, полученным автором, следует отнести:

- установленную тенденцию формирования кристаллитов молибдена (110) на начальной стадии осаждения, независимо от уровня пресыщения в системе;
- доказанную возможность снижения количества точечных дефектов на поверхности стекла после химического травления при использовании защитных молибденовых покрытий, характеризующихся низким уровнем микродеформаций и текстурой роста (211), которая формируется в процессе роста плёнки в результате перестройки текстуры зарождения (110);
- обоснованную необходимость повышения давления рабочего газа при магнетронном распылении от 0,39 Па до 0,74 Па для снижения толщины пленки молибдена на 30-40%, при которой происходит смена текстуры зарождения (110) на текстуру роста (211).

4. Значимость результатов для науки и практики

Значимость изложенных в диссертационной работе результатов для науки и практики состоит в том, что:

- разработана оригинальная технология изготовления чувствительного элемента акселерометра, отличающаяся применением процессов фотолитографии и химического травления с использованием защитного молибденового покрытия, в том числе, в сочетании с алмазно-абразивной обработкой деталей;
- определены технологические режимы осаждения текстурированной (211), обладающей достаточной пластичностью, защитной молибденовой маски, что позволяет выполнить бездефектное глубокое травление кварцевого стекла;
- разработана методика оценки уровня пресыщения для процесса магнетронного распыления, определено влияние технологических параметров (мощности разряда и давления рабочего газа) на величину $\Delta\mu$;
- выполнены расчёты энергии адсорбции молибдена на отрелаксированной и гидроксिलированной модельной поверхности (001) α -кварца для прогнозирования процесса зародышеобразования Mo на поверхности SiO_2 .

Оригинальная технология изготовления кварцевого чувствительного элемента акселерометра, разработанная на основе данных диссертационной работы, была апробирована на предприятии ПАО «Пермская научно-производственная приборостроительная компания», что подтверждено актом внедрения №66/61-30-а от 17.02.2020. Были созданы опытные образцы кварцевых акселерометров, применяемые в навигационных системах.

5. Оценка содержания диссертации

Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и библиографического списка. Объём диссертации - 116 страниц, включая 15 таблиц, 51 рисунок и библиографический список из 104 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель и основные задачи исследования.

В первой главе дается общая характеристика конструкции акселерометра, наиболее значимым элементом которой является маятниковый узел. Рассматриваются современные технологии микрообработки стекла, среди которых перспективной является химическое травление через тонкопленочную маску во фторсодержащих средах.

Во второй главе описываются методики проведения экспериментов и используемое для этого оборудование, а также приведены основные физико-химические методы оценки экспериментальных данных. Представлены результаты квантово-химического моделирования адсорбции атомов молибдена на гидроксильной и отрелаксированной поверхности (001) α -кварца методом теории функционала плотности в программе Quantum Espresso v.6.3.

В третьей главе приведены результаты исследований пленок молибдена и их обсуждение. На основании полученных результатов теоретических и экспериментальных исследований текстуры и структуры пленок молибдена были выявлены технологические факторы, влияющие на получение требуемых структур на подложке из кварцевого стекла.

В четвертой главе представлена технология формообразования структур кварцевого чувствительного элемента акселерометра.

В заключении сформулированы основные выводы и результаты работы. Выводы диссертации соответствуют поставленным задачам и полученным в работе результатам.

Результаты диссертационной работы были представлены на пяти конференциях регионального и международного уровней.

По результатам диссертации опубликовано 10 работ, из которых 2 – в журналах, включенных в перечень ведущих рецензируемых научных изданий и 2 – в журналах, индексируемых в международных реферативных базах: Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts и GeoRef.

Автореферат диссертации достаточно полно отражает содержание диссертационной работы и соответствует тексту диссертации.

В качестве общих замечаний по содержанию диссертационной работы можно отметить следующее:

1. В литературном обзоре диссертации из рисунка 1.13 следует, что вольфрам имеет меньшую скорость растворения в кислоте HF по сравнению с молибденом. Несмотря на

это, автор указывает, что именно молибден является наиболее подходящим материалом для использования в качестве защитной маски. Чем обусловлен выбор материала?

2. Автор указывает, что за счет исключения из технологического процесса четыреххлористого углерода предложенная технология позволяет снизить вредное воздействие на окружающую среду. Насколько сопоставимы объемы вредных выбросов опасных веществ по старой и новой технологиям?

3. На страницах 85-86 диссертации говорится о влиянии качества очистки подложки от твердых частиц на появление точечных дефектов травления стекла. Проводилась ли оценка качества очистки подложек после их подготовки по предлагаемой автором методике?

4. Может ли разработанная автором технология формообразования элементов из высокочистого оксида кремния методом химического травления через молибденовое покрытие быть использована для других неорганических материалов? Если да, то каких?

5. По предложенной автором технологии предлагается использовать позитивный фоторезист ФП-2550 ЭКСТРА, информацию об опасности которого стоило бы привести в данной работе.

6. Автору следовало бы соблюдать единообразие при оформлении формул и подписей к рисункам. Так, на рисунках 3.6, 3.7 3.8, 3.17 изменен размер шрифта индексов (а, б и т.д.), они не оформлены курсивом, как в других случаях; отсутствует измерительная шкала на рисунках 3.15, 4.4, 4.5.

Приведенные выше замечания не меняют общую положительную оценку результатов, научную и практическую значимость выполненной диссертационной работы и ее основных выводов.

Соответствие диссертации паспорту специальности

Диссертационная работа А.М. Минкина соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ, в том числе пункту 1 формулы специальности «Производственные процессы получения ... высокочистых неорганических продуктов» и пункту 2 формулы специальности «Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов». Содержание диссертационной работы соответствует также пункту 1 области исследований паспорта специальности 05.17.01 «Химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ, термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений» и пункту 4 области исследований «Способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья, промежуточных и побочных продуктов... в неорганические продукты».

Заключение о соответствии диссертации требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней»

Диссертационная работа А.М. Минкина соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ, в том числе пункту 2 формулы специальности «Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов».

Представленная диссертационная работа является завершённой научно-квалификационной работой, в которой содержатся актуальные, новые, научно обоснованные решения формообразования чувствительного элемента акселерометра из высокочистого оксида кремния методом химического травления через текстурированное молибденовое покрытие, которые имеют существенное значение при обработке и производстве изделий заданной микрогеометрии из высокотвердых и одновременно хрупких неорганических материалов, в частности, высокочистого аморфного оксида кремния. Работа написана доступным, грамотным языком, корректным в научном и техническом отношении.

Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней в ПНИПУ», утвержденного ректором ПНИПУ от 09.01.2018, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Минкин Александр Михайлович заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Официальный оппонент, к.х.н.,
научный сотрудник лаборатории многофазных дисперсных систем
«Института технической химии Уральского отделения
Российской академии наук»

филиала Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Пермского федерального исследовательского центра
Уральского отделения Российской академии наук
Кондрашова Наталья Борисовна

Юридический адрес:
614013, г. Пермь, ул. Ак. Королёва, 3
Тел.: 8(342)-237-82-81
E-mail: Kondrashova_n_b@mail.ru

/ Н.Б. Кондрашова /

11.08.2020

Подпись Кондрашовой Н.
учёный секретарь «ИТХ У

Г.В. Чернова /