

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям
Пермского национального
исследовательского политехнического
университета,
Доктор технических наук, профессор
_____ Кортаев В.Н.
«28» февраля 2020 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»
Министерства науки и высшего образования Российской Федерации

Диссертационная работа Минкина А.М. «Технологические основы формообразования чувствительного элемента из кварцевого стекла методом химического травления через текстурированное молибденовое покрытие» выполнена на кафедре «Охрана окружающей среды».

В период подготовки диссертации и по настоящее время соискатель Минкин Александр Михайлович работает в научно-техническом центре ПАО «Пермской научно-производственной приборостроительной компании» в должности начальника лаборатории интегрально-оптических технологий.

В 2013 году окончил ФГБОУ ВПО «Пермский государственный национальный исследовательский университет» с присвоением степени магистра химии по направлению «Химия». С 01.10.2016 по настоящее время обучается в аспирантуре очной формы обучения в ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» по направлению 22.06.01 Технологии материалов (период обучения 01.10.2016-30.09.2020)

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Кетов Александр Анатольевич, работает профессором кафедры «Охрана окружающей среды» в ФГБОУ ВО «Пермском национальном исследовательском политехническом университете».

По итогам обсуждения принято следующее заключение.

1. Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации, заключается в следующем:

в постановке цели и задач исследования и подготовке обзора литературы; в проведении лабораторных исследований, а также в обработке и анализе

результатов; в определении толщины покрытия методом оптической профилометрии, в разработке методики оценки защитных свойств покрытия и методики оценки пересыщения в системе $\Delta\mu$ для процесса магнетронного распыления; написании тезисов докладов и статей по теме диссертации.

2. Степень достоверности результатов проведенных исследований обеспечивается применением современного оборудования и апробированных методов исследования, а также воспроизводимостью экспериментальных результатов.

3. Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

- Впервые установлено, что независимо от пересыщения в системе большая часть кристаллитов молибдена, сформированных на начальной стадии осаждения, будет иметь ориентацию (110).

- Выявлено, что снижение количества точечных дефектов (пинголов) на поверхности стекла после химического травления наблюдается у защитных молибденовых покрытий, характеризующихся не только низким уровнем микродеформаций, но и текстурой роста (211), которая формируется в результате перестройки текстуры зарождения (110) в процессе роста пленки.

- Установлено, что повышение давления рабочего газа в диапазоне от 0,39 Па до 0,74 Па снижает на 30-40% толщину пленки молибдена, при которой происходит смена начальной текстуры (110) на текстуру роста (211).

4. Практическая значимость исследования:

- Разработана и практически реализована оригинальная технология изготовления чувствительного элемента акселерометра, отличающаяся применением процессов фотолитографии и химического травления с использованием текстурированного защитного молибденового покрытия, а также наличием алмазно-абразивной обработки кромки деталей в сочетании с химическим травлением.

- Определены технологические режимы осаждения текстурированной защитной молибденовой маски. Маска, обладающая достаточной пластичностью, низким уровнем микродеформаций решетки, текстурой роста (211) позволяет выполнять бездефектное глубокое травление кварцевого стекла.

- Разработана методика оценки пересыщения системы $\Delta\mu$ для процесса магнетронного распыления. Проведен анализ влияния технологических параметров распыления, таких как мощность разряда, давление рабочего газа, на величину пересыщения.

- Выполнены расчеты энергии адсорбции молибдена на отгетаксированной и гидроксигированной модельной поверхности (001) α -кварца, которые могут быть использованы для предсказания тенденции зародышеобразования молибдена на поверхности диоксида кремния.

5. Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем.

Содержание диссертационной работы достаточно полно отражено в 10 работах, из которых 2 работы опубликованы в журналах, включенных в перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы научные работы диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, и 2 работы опубликованы в журналах, индексируемых в международных реферативных базах: Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts и GeoRef (общий объем публикаций 3,03 печатных листа, из них авторских 1,83 печатных листа).

Основные результаты диссертационной работы отражены в следующих публикациях:

1. Shaburova, N.A. Physical-Chemical Properties of Molybdenum Films Prepared with Magnetron Sputtering / N.A. Shaburova, T.D. Ratmanov, A.M. Minkin // Solid State Phenomena. – 2017. – Vol. 265. – P. 3-8. (Scopus) (0,35 п. л., авт. 0,15 п. л.).

В данной работе соискателем приведено теоретическое и экспериментальное подтверждение влияния толщины защитного молибденового покрытия на качество формируемых элементов изделия на стеклянной подложке. Также показано влияние внутренних напряжений в молибденовом покрытии на его защитные свойства. Незначительные сжимающие напряжения оказывают положительный эффект на защитные свойства покрытия.

2. Effect of Target Erosion on Properties of Molybdenum Films / A.M. Minkin, N.A. Medvedeva, D.D. Larionov, A.A. Ketov, Ya. I. Vaisman // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2019. – Vol. 92, №. 10. - P. 1359-1365. (Chemical Abstracts, GeoRef, Scopus, Web of Science) (0,47 п. л., авт. 0,13 п. л.).

В работе представлены полученные соискателем результаты исследований структурных, механических и химических особенностей молибденового покрытия полученного магнетронным распылением при стабилизации разряда по току и мощности. Показано, что глубина зоны выработки мишени, также оказывает влияние на структурные характеристики получаемых покрытий и, следовательно, приводят к изменению их механических и химических свойств. Характерные изменения механических свойств покрытий, в целом, наблюдаются из-за уменьшения размера кристаллитов. Определены оптимальные условия распыления мишени: режим стабилизации по току и глубина эрозии более 1 мкм, обеспечивающие снижение электрохимической коррозии покрытия.

3. Механизмы образования точечных дефектов на поверхности кварцевого стекла при воздействии плавиковой кислоты на защитное молибденовое

покрытие / А.М. Минкин, Д.Д. Ларионов, Т.Д. Ратманов, А.А. Кетов, Я.И. Вайсман // Перспективные материалы. – 2017. – №6. – С. 41-49. (ВАК) (0,52 п. л., авт. 0,21 п. л.).

В данной работе соискателем приведены результаты исследования факторов, которые приводят к образованию точечных дефектов при глубоком травлении кварцевого стекла через защитное молибденовое покрытие. Разработана математическая модель диффузии плавиковой кислоты вдоль межзеренных границ защитного покрытия. На основании модели установлено, что глубина проникновения HF по границам зерен для покрытия толщиной более 1 мкм в течение одного часа составляет 0,6 мкм. Установлено, что степень текстурирования защитного покрытия вносит значительный вклад в образование пинголов на поверхности стекла при жидкостном травлении.

4. Минкин, А.М. Квантово-химическое моделирование адсорбции атомов молибдена на поверхности оксида кремния / А.М. Минкин // Вестник технологического университета. – 2019. – Т. 22, № 11. – С. 74-78. (ВАК) (0,29 п. л., авт. 0,29 п. л.).

В работе, из первых принципов в рамках теории функционала плотности были исследована структура и энергетическое состояние отрелаксированной и гидроксильированной поверхности (001) α -кварца. Данные поверхности были рассмотрены в качестве модельных для оценки энергии адсорбции атомов молибдена к подложке аморфного оксида кремния.

Энергия адсорбции молибдена на отрелаксированной и гидроксильированной поверхности SiO_2 , составляет соответственно -3,29 эВ и -2,5 эВ. Также установлено, что молибден может взаимодействовать с гидроксильированной поверхностью (001) α -кварца с образованием комплекса $\equiv\text{Si-O-Mo}$ и выделением $1/2\text{H}_2$.

Другие публикации по теме диссертации:

5. Ларионов, Д.Д. Влияние мощности магнетронного разряда на удельное электрическое сопротивление пленок молибдена / Д.Д. Ларионов, А.М. Минкин, Т.Д. Ратманов // От наноструктур, наноматериалов и нанотехнологий к нанопромышленности: тезисы докл. Шестой Междунар. конф. под общ. ред. проф. В.И. Кодолова, Ижевск. 4-6 апреля 2017 г. – Ижевск: Изд-во ИжГТУ имени М.Т. Калашникова, 2017. – С. 151-152. (0,06 п. л., авт. 0,02 п. л.).

6. Минкин, А. М. Влияние толщины на микроструктуру осаждаемых пленок молибдена / А.М. Минкин, Д.Д. Ларионов // Технические науки: научные приоритеты учёных: тезисы докл. II Междунар. науч.-практ. конф., г. Пермь, 25 ноября 2017 г. – Нижний Новгород: ООО «Ареал». - № 2. – С. 27-30. (0,23 п. л., авт. 0,18 п. л.).

7. Влияние микроструктуры на анодное растворение пленок молибдена, полученных методом магнетронного распыления / А.М. Минкин, Д.Д. Ларионов,

А.А. Бородин, Н.А. Медведева // Техническая химия. От теории к практике: тезисы докл. VI Всероссийская конф. с междунар. участием, под ред. Г.В. Черновой, Пермь. 20-24 мая 2019 г. – Пермь: Новопринт. – 2019. – С.50. (0,06 п. л., авт. 0,02 п. л.).

8. Влияние режимов магнетронного распыления на электрохимическое поведение пленок молибдена в азотной кислоте / А.М. Минкин, Д.Д. Ларионов, А.А. Бородин, Н.А. Медведева // XXI менделеевский съезд по общей и прикладной химии: сб. тез. докл., 9-13 сент. 2019 г., Санкт-Петербург. В 6 т. Т.2а: [Пленар. докл., тез. докл. секц. «Химия и технологии материалов»] / Рос. акад. наук [и др.]. – Санкт-Петербург: [б.и.], 2019. – С. 304. (0,06 п. л., авт. 0,02 п. л.).

9. Козлов, В.М. Атомистический подход к определению работы образования зародыша при осаждении ОЦК металлов на индифферентную подложку / В.М. Козлов, А.М. Минкин // Актуальные научные исследования в современном мире. – 2019. - №7(51) (ч.1). – С.100-105. (0,29 п. л., авт. 0,11 п. л.).

10. Минкин А.М. Технология изготовления чувствительного элемента кварцевого акселерометра методом объемной микрообработки / А.М. Минкин // Прикладная фотоника. – 2019. – Т. 6, № 3-4. – С. 147-159. (0,70 п. л., авт. 0,70 п. л.).

6. Соответствие содержания диссертации специальности, по которой она рекомендуется к защите.

Диссертационная работа Минкина А.М. «Технологические основы формообразования чувствительного элемента из кварцевого стекла методом химического травления через текстурированное молибденовое покрытие» соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ: пункт 2 «Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов».

Представленная Минкиным Александром Михайловичем диссертационная работа является прикладным исследованием.

7. Соответствие содержания диссертационной работы требованиям установленным п.14 «Положения о присуждении ученых степеней».

В диссертации соискателем приведены ссылки на авторов и источники заимствованных материалов и отдельных результатов. Результаты диссертационной работы опубликованы в ведущих рецензируемых научных изданиях, в которых должны быть опубликованы основные результаты диссертаций, соответствующие ссылки присутствуют в тексте диссертации.

Диссертационная работа Минкина Александра Михайловича «Технологические основы формообразования чувствительного элемента из

кварцевого стекла методом химического травления через текстурированное молибденовое покрытие» рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности: 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Заключение принято на совместном заседании кафедры «Охрана окружающей среды» и кафедры «Химические технологии» ФГБОУ ВО «Пермского национального исследовательского политехнического университета».

Присутствовало на заседании 30 чел. Результаты голосования: «за» - 30 чел., «против» - 0 чел., «воздержалось» - 0 чел., протокол № 24 от «26» февраля 2020 г.

Председатель заседания,

заведующий кафедрой «Охрана окружающей среды»,

доктор технических наук,

профессор

_____/Рудакова Л.В./

И.о. заведующего кафедрой «Химические технологии»

канд. техн. наук, доцент

_____/Кобелева А.Р./

Секретарь кафедры

«Охрана окружающей среды»

_____/Фомина Л.Г./