

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.078.01,
созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения
науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук,
Министерство науки и высшего образования Российской Федерации,
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 27.04.2023 №4/23

О присуждении Теджетову Валентину Алексеевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Развитие физико-химической концепции формирования фазового состояния и структуры плёнок FeZrN и FeTiB с особыми магнитными свойствами» на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 (01.04.07)– «Физика конденсированного состояния» принята к защите 16 февраля 2023 г., протокол № 2/23, диссертационным советом 24.1.078.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Теджетов Валентин Алексеевич 1983 года рождения в 2006 г. окончил факультет «Полупроводниковых материалов и приборов» «Московского государственного института стали и сплавов» (технологического университета) по специальности «Техническая физика».

Работает научным сотрудником в лаборатории конструкционных сталей и сплавов им. академика Н.Т. Гудцова (№7) Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена в лаборатории конструкционных сталей и сплавов им. академика Н.Т. Гудцова (№7) Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – Шефтель Елена Наумовна, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории конструкционных

сталей и сплавов им. академика Н.Т. Гудцова (№7) Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

1. Чеченин Николай Гаврилович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий отделом физики атомного ядра, заведующий лабораторией физики наноструктур и радиационных эффектов, НИИ Ядерной физики МГУ,

2. Сундеев Роман Вячеславович, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нанoeлектроники, ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет»,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва — в своем положительном отзыве, подписанном заведующим кафедры «Физического материаловедения», старшим научным сотрудником, кандидатом физико-математических наук, Александром Григорьевичем Савченко, и утвержденном проректором по науке и инновациям, доктором технических наук, профессором Михаилом Рудольфовичем Филоновым указала, что диссертационная работа Теджетова Валентина Алексеевича на тему «Развитие физико-химической концепции формирования фазового состояния и структуры плёнок FeZrN и FeTiB с особыми магнитными свойствами» является законченным научным исследованием, посвященным решению актуальной научной проблемы, результаты которого имеют значительную научную и практическую ценность, а их изложение и анализ свидетельствуют о достаточно высокой научной квалификации автора. Автореферат полностью отражает содержание представленной диссертации. Диссертационная работа В.А. Теджетова отвечает требованиям Положения ВАК Минобрнауки России о присуждении ученых степеней, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, а ее автор, Теджетов Валентин Алексеевич, заслуживает присуждения ему искомой ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 (01.04.07) «Физика конденсированного состояния».

В положительном отзыве ведущей организации имеются следующие замечания:

1. Отсутствует обоснование выбора систем FeZrN / FeTiB, тогда как логичнее, с точки зрения возможности последующего сравнения между собой

полученных результатов, было бы рассматривать системы FeTiN / FeTiB и/или FeZrN / FeZrB.

2. Известно, что на величину ширины рентгеновской линии (кроме ОКР и микродеформации) влияет ряд инструментальных факторов. Однако в работе не говорится, что это за факторы и как их учитывали в процессе анализа рентгеновских дифракционных спектров, или какой эталон использовали, сравнение с которым позволило бы учесть эти инструментальные факторы?

3. Стр. 69. Автор утверждает, что «... фаза Fe₄N характеризуется ярко выраженной аксиальной текстурой <001> (рис. 3.3) ...», но на дифрактограмме образца IV наиболее интенсивная линия (111) фазы Fe₄N, как и положено, наблюдается в районе углов 41 ... 42°.

4. Стр. 77. При обсуждении структурных изменений в пленках FeZrN после отжигов ничего не говорится о сохранении или об изменении характера «... ярко выраженной аксиальной текстуры <011> + <211> фазы α-Fe(Zr,N) ...», которая наблюдалась в исходных пленках (стр. 69).

5. Следует отметить также некоторые недочеты и стилистические неточности в тексте диссертации, например,

- «... изучается более широкий интервал составов плёнок» (стр. 8).
- «По мере увеличения напряженности магнитного поля H, индукция B нелинейно возрастает, достигая насыщения B_S при значениях выше поля насыщения H_S» (стр. 15).
- «... обеспечивает близкую к нулевой магнитострикцию сплава вследствие взаимной компенсации магнитострикции фазы α-(FeSi) ($\lambda_s^{\text{FeSi}} \approx -6 \cdot 10^{-6}$), расположенной в кристаллитах, и магнитострикции аморфной фазы ($\lambda_s^{\text{am}} \approx 20 \cdot 10^{-6}$), расположенной в межзёренном пространстве (границы зёрен) ...», там же далее «... где v_{FeSi} – объёмная доля кристаллитов с фазой α-(FeSi) ...». (стр. 21-22).
- при съёмке на дифрактометре «... в качестве рентгеновского источника использовалось излучение, позволяющее регистрировать рефлексы ...» (стр. 54, 66, 104).

От официального оппонента Чеченина Н.Г. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. Не обсуждается вопрос о вариации состава по толщине пленок, хотя указания на это можно видеть на многих рисунках ОЭСТР-распределений: рис.3.2, 4.3. Может ли вариация элементного состава приводить к вариации фазового и структурного состава с глубиной и толщиной образца?

2. На стр.28 и далее по тексту в соотношении для фазовых превращений типа «δFe ↔ γFe + L» следовало бы пояснить обозначение L.

3. Рис. 4.7в,г (стр. 97), 4.13в (стр. 106): непонятно обозначение вертикальной оси и нет подписи горизонтальной шкалы.

От официального оппонента Сундеева Р.В. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. В таблицах 3.2 и 4.1 представлены результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа образцов пленок Fe-Zr-N и Fe-Ti-V после различных режимов магнетронного осаждения и отжига. В ряде случаев в структуре пленок формировалось смешанное аморфно-нанокристаллическое состояние (например, в исходном состоянии для пленок Fe-Zr-N серии VII и пленок Fe-Ti-V серии P и др.). При этом не совсем понятно проводилось ли в работе количественное определение объемной доли аморфной фазы в аморфно-нанокристаллических образцах? Если да, то почему в таблицах 3.2 и 4.1 не представлены значения объемной доли аморфной фазы в смешанных аморфно-нанокристаллических пленках.

2. Автор диссертации проводил ПЭМ исследования структуры пленок, полученных после различных режимов магнетронного осаждения и последующего отжига. На рисунках 4.7 и 4.13 автор работы представляет темнопольные ПЭМ изображения и соответствующие им электронограммы, а также диаграммы распределения частиц по размерам в пленках серий F и H в исходном состоянии (в диапазоне 0,3-1,2 нм). Возникает вопрос, каким методическим образом автору удалось выделить «частицы» размером менее 0,5 нм? Визуально на представленных ПЭМ изображениях наблюдается абсорбционный контраст характерный для аморфного состояния, а на электронограммах ряд диффузных колец с убывающей интенсивностью по мере возрастания угла вектора дифракции и какие-либо признаки кристаллизации аморфной фазы очень сложно выявить.

3. Автор в работе определял средний размер зерна ОЦК фазы методами РСА и ПЭМ. В тексте диссертации не удалось найти, какая статистика по количеству частиц была набрана при определении среднего размера зерна методом ПЭМ.

4. Возникает вопрос, какими механическими свойствами (прежде всего пластичностью) обладают полученные пленки систем Fe-Zr-N и Fe-Ti-V в исходном состоянии и после проведенного отжига? Особенно это важно для пленок, в структуре которых до отжига присутствовала аморфная фаза. Ведь хорошо известно, что в результате кристаллизации аморфной фазы протекают процессы структурной релаксации аморфной фазы, сопровождающиеся явлением отпускной хрупкости (особенно характерно для аморфных сплавов на основе железа).

5. В диссертации есть неточности в оформлении рисунков (на рисунках 4.7в,г и 4.13в на гистограммах не представлены обозначения по осям) и списка литературы (у ссылок 120, 121 и 142 не указаны страницы).

Соискатель имеет 60 работ, опубликованных по теме диссертации, из них 16 работ в российских и зарубежных рецензируемых журналах, в том числе входящих в перечень ВАК, 44 публикации в сборниках материалов и тезисов докладов всероссийских и международных конференций.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Шефтель Е.Н., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., **Теджетов В.А.**, Труханов П.А., Усманова Г.Ш. Фазово-структурное состояние магнитных пленок FeZrN, полученных магнетронным распылением нагретой мишени // *Материаловедение*. – 2014. – №10. – с. 8-14.

2. Шефтель Е.Н., **Теджетов В.А.**, Харин Е.В., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Титова А.О. Фазовое состояние, структура и магнитные свойства плёнок Fe–Zr–N, полученных магнетронным распылением нагретой мишени // *Перспективные материалы*. – 2015. – № 12. – с.54-61.

3. Шефтель Е.Н., Харин Е.В., **Теджетов В.А.**, Усманова Г.Ш., Крикунов А.И. Наведенная магнитная анизотропия в нанокристаллических пленках FeZrN, полученных наклонным магнетронным напылением // *Металлы*. – 2016. – №5. – с.54-60.

4. Харин Е.В., Шефтель Е.Н., **Теджетов В.А.** Аппроксимация влияния эффективных магнитных параметров на коэрцитивную силу нанокристаллических пленок на основе Fe // *Письма в журнал технической физики*. – 2018. – т. 44. – №10. – с.29-36.

5. Шефтель Е.Н., **Теджетов В.А.**, Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Харин Е.В., Усманова Г.Ш., Жигалина О.М. Исследование процессов формирования неравновесного фазово-структурного состояния в пленках FeTiB, полученных магнетронным напылением // *Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. – 2020. – №3. – с. 65-75.

6. Sheftel E.N., Harin E.V., **Tedzhetov V.A.**, Kiryukhantsev-Korneev Ph.V., Levashov E.A., Perov N.S., Titova A.O. Magnetic structure and magnetic properties of nanocrystalline and amorphous Fe-Zr-N films // *Physica B: Physics of Condensed Matter*. – 2016. – Vol. 494. – p. 13-19.

7. Sheftel E.N., **Tedzhetov V.A.**, Harin E.V., Kiryukhantsev-Korneev F.V., Usmanova G.Sh. High-induction nanocrystalline soft magnetic Fe_xTi_yB_z films prepared by magnetron sputtering // *Physica Status Solidi C: Current topics in solid state physics*. – 2016. – Vol. 13. – № 10-12. – p.965-971.

8. **Tedzhetov V.A.**, Sheftel E.N., Harin E.V., Kiryukhantsev-Korneev Ph.V. Residual Stresses in Soft Magnetic FeTiB and FeZrN Films Obtained by Magnetron Deposition // *Coatings*. – 2021. – Vol.11. – Art. 34.

9. Sheftel E.N., **Tedzhetov V.A.**, Harin E.V., Kiryukhantsev-Korneev P.V., Usmanova G.S., Zhigalina O.M. FeZrN Films: Magnetic and Mechanical Properties Relative to the Phase-Structural State // *Materials*. – 2022. – Vol.15. – Art. 137.

10. Sheftel E.N., **Tedzhetov V.A.**, Harin E.V., Usmanova G.Sh. Films with nanocomposite structure $\alpha\text{Fe(N)}+\text{ZrN}$ for soft magnetic applications // *Thin Solid Films*. – 2022. – Vol.748. – Art. 139146.

На автореферат диссертации Теджетова В.А. поступило 9 отзывов. Все отзывы положительные.

1. Отзыв доцента кафедры технологии конструкционных материалов Калужского филиала МГТУ имени Н. Э. Баумана, к.ф.-м.н., Зайончковского В.С. содержит 1 замечание:

1. По изложенным в автореферате данным неясны условия получения пленок: не указаны уровни вакуума до и после напуска газа, в котором идет магнетронное распыление; не указан вид вакуума (масляный или без масляный); не указан вид подложки и её влияние (не влияние) на полученные результаты.

2. Отзыв главного научного сотрудника Института проблем управления им. В.А. Трапезникова РАН, д.т.н. Касаткина С.И. содержит 1 замечание:

1. В автореферате указано, что исследования проводились для разных толщин пленок обоих типов: 0,7-1,8 мкм (ВЧ осаждение) и 0,2-2,4 мкм (режим постоянного тока). В приведенных же результатах нет указаний на толщину пленок, хотя данные могут отличаться и, в первую очередь, магнитные параметры пленок.

3. Отзыв начальника Научно-исследовательского отделения «Наноматериалы и нанотехнологии» Центрального Научно-исследовательского института конструкционных материалов «Прометей» им. И.В. Горынина, д.т.н. Кузнецова П.А. содержит 3 замечания:

1. Из автореферата непонятен комплекс «особых» магнитных свойств, которые требуется достичь в результате проведенного исследования. На стр. 8 автореферата указано «Среди основных требований к таким материалам – высокая B_S (≥ 2 Тл), низкие значения H_C и высокая начальная магнитная проницаемость μ_0 (>1000)», а в 5-й задаче исследования добавляется еще B_r . При этом в положениях научной новизны не приведены достигнутые магнитные свойства, а только в выводах, что выглядит немного странным.

2. Будет ли, и каким образом, если будет, влиять скорость охлаждения и материал подложки на исходную структуру пленок? Учитывалось ли это в работе.

3. Из автореферата неясно, чем обусловлен выбор температур и длительности отжига полученных пленок.

4. Отзыв заведующего лабораторией нанотехнологии композиционных материалов и тонкопленочных структур Института теоретической и прикладной электродинамики РАН, к.т.н., доцента Рыжикова И.А. содержит 3 замечания:

1. Применение термина «сечение» в третьем абзаце раздела «Общая характеристика работы» требует уточнения. Данный термин не является общепринятым и трактуется неоднозначно.

2. Исследован актуальный вопрос о форме существования тонкопленочных покрытий сложного состава. При этом, в автореферате отсутствует описание метода изменения состава исследованных покрытий и отсутствуют сведения о латеральной однородности структуры пленки, а также данные о макро-размере полученных покрытий.

3. В работе исследовали однослойные тонкие пленки толщиной от 0,2 (стр. 13, строчка 5) до 2,4 мкм (стр. 5, строчка 33). При этом, отсутствуют данные об однородности толщины исследованных пленок и о подложках на которые они были нанесены.

5. Отзыв ведущего научного сотрудника, Государственного научного центра «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», к.ф.-м.н., Шалимовой А.В. содержит 1 замечание:

1. Автор утверждает, что полученные в работе пленки характеризуются «плотной и беспористой структурой с равномерным распределением элементов по толщине». Однако из текста автореферата не ясно каким образом контролировалось: а) распределение элементов по толщине и б) пористость структуры?

6. Отзыв главного научного сотрудника кафедры магнетизма Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, д.ф.-м.н., профессора Шалыгиной Е.Е. содержит 2 замечания:

1. В тексте автореферата указано, что на сдерживание роста зерна ОЦК фазы при осаждении пленок влияет твердорастворное упрочнение. Проводились ли исследования, которые могли бы подтвердить факт упрочнения материала?

2. Из автореферата неясно, каким способом определялась величина индукции насыщения пленок.

7. Отзыв профессора кафедры физики твердого тела Воронежского государственного технического университета, д.ф.-м.н. Калинина Ю.Е. – без замечаний.

8. Отзыв заведующего лабораторией физики магнитных пленок Института Физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения РАН, д.ф.-м.н., доцента, Комогорцева С.В. и главного научного сотрудника д.ф.-м.н., профессора Исхакова Р.С. – без замечаний.

9. Отзыв директора Высшей школы междисциплинарных исследований и инжиниринга Балтийского федерального университета им. И. Канта, к.ф.-м.н. Родионовой В.В. – без замечаний.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области физики конденсированного состояния, квалификацией, способностью определить актуальность, научную и практическую ценность представленной диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- изучены морфология, фазовый состав, структура и статические магнитные свойства пленок широкого интервала составов систем Fe-Zr-N и Fe-Ti-V, полученных на стеклянных подложках в различных условиях магнетронного осаждения с последующим отжигом;

- установлена зависимость типа формирующегося метастабильного фазово-структурного состояния от химического состава и скорости охлаждения плёнок в условиях их роста при магнетронном осаждении;

- исследовано влияние температуры отжига на процесс преобразования метастабильного фазово-структурного состояния плёнок в равновесное нанокристаллическое, характеризующееся термической стабильностью;

- показано формирование в осаждённых плёнках высоких сжимающих напряжений и их преобразование в растягивающие с повышением температуры отжига;

- получены плёнки со следующим уровнем магнитных свойств: $B_S = 1,9-2,1$ Тл, $H_C = 25$ А/м в плёнках FeZrN и $B_S = 1,8-2,1$ Тл, $H_C = 2,96-5,0$ кА/м в плёнках FeTiV;

- предложена модель метастабильного фазово-структурного состояния пленок FeZrN и FeTiV различного состава, формирующегося при разных условиях магнетронного осаждения, и его эволюции в равновесное фазовое состояние с нанокристаллической структурой при отжиге.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказано, что в условиях получения методом высокоэнергетического синтеза плёнок систем Fe-Zr-N и Fe-Ti-V образуются пересыщенные Zr,N и Ti, соответственно, твёрдые растворы на основе α Fe, что свидетельствует о расширении концентрационной области твердых растворов на основе α Fe в этих системах;

- выявлено различное влияние лёгких элементов N и B на формирование фазово-структурного состояния плёнок, связанное с отсутствием растворимости B в α Fe и его более сильным, чем у N, аморфизирующим железом.

- изучены закономерности изменения, формирующихся в пленках при осаждении внутренних напряжений при отжиге и дано структурное обоснование наблюдаемым изменениям;

- определены концентрационные области составов плёнок систем Fe-Zr-N и Fe-Ti-B и температур отжига, обеспечивающих получение оптимального сочетания высокой B_S и низкой H_C .

- изложены структурные факторы, определяющие уровень магнитных свойств плёнок;

- сформулированы основные положения физико-химической концепции выбора химического состава и условий получения плёнок FeZrN и FeTiB с нанокристаллической двухфазной структурой (основная ферромагнитная фаза α -Fe с включениями неферромагнитной термодинамически стабильной фазы ZrN/TiB₂), обеспечивающих получение высокой индукции насыщения и заданный уровень коэрцитивной силы.

Значение полученных соискателем результатов исследования **для практики** подтверждается тем, что

- разработана физико-химическая концепция целенаправленного выбора химического состава и условий получения плёнок FeZrN и FeTiB с комплексом свойств, требуемых для применения в современной магнитной микроэлектронике, способная ускорить процесс разработки промышленных плёночных материалов систем Fe-Me_{IV}X;

- создана модель знаний, которая может быть применена при составлении курсов лекций по проблеме «Магнитомягкие плёночные материалы на основе d-переходных металлов с комплексом свойств, удовлетворяющих требованиям современной магнитной электроники».

Оценка **достоверности результатов** исследования выявила, что: экспериментальные результаты, представленные в диссертационной работе, получены на современном научно-исследовательском оборудовании при использовании актуального программного обеспечения. Достоверность результатов обеспечена использованием комплекса взаимодополняющих методик, подтверждена воспроизводимостью на множестве образцов и апробирована публикациями в высокорейтинговых журналах.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задач диссертационной работы (совместно с научным руководителем), проведении экспериментов, обработке, анализе и интерпретации полученных результатов. Все экспериментальные результаты, включенные в работу, получены либо самим соискателем, либо при его непосредственном участии. Соискатель принимал участие в подготовке и написании статей по материалам диссертации и выступал с докладами на всероссийских и международных конференциях.

Диссертационная работа соответствует требованиям паспорта специальности 1.3.8 (01.04.07) – «Физика конденсированного состояния».

В ходе защиты диссертации критические замечания высказаны не были. Был задан ряд вопросов и было указано на некоторые неточности в работе. Соискатель Теджетов В.А. ответил на все вопросы.

На заседании 27 апреля 2023 года диссертационный совет принял решение присудить Теджетову В.А. ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 5 докторов наук по специальности 1.3.8 (01.04.07) – «Физика конденсированного состояния», участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 16, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Заместитель председателя
Диссертационного совета
24.1.078.01 (Д 002.060.01)
д.т.н., проф.

Поварова Кира Борисовна

Ученый секретарь
Диссертационного совета
24.1.078.01 (Д 002.060.01),
д.т.н., доц.

Костина Мария Владимировна

«3» мая 2023 г.

Подписи Поваровой К.Б. и Костиной М.В. удостоверяю:

Ученый секретарь
ИМЕТ РАН,
к.т.н.



Фомина Ольга Николаевна