

«Утверждаю»

И.о. Ректора федерального

государственного бюджетного

образовательного учреждения высшего

образования «Северо-Кавказский горно-

металлургический институт

(государственный технологический

университет)»,

доктор технических наук, профессор

Ю.В. Дмитрак

«27» февраля 2018 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет)» о диссертационной работе Антонова Александра Сергеевича «Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертационная работа А.С. Антонова посвящена экспериментальному исследованию и теоретическому анализу морфологических и фрактальных характеристик металлических пленок (золото, серебро, хром) на диэлектрических поверхностях (слюда, стекло) методом сканирующей туннельной микроскопии. В качестве объектов исследования использовались металлические пленки/нанопокрытия (золото, серебро, хром) на диэлектрических поверхностях/подложках (слюда, стекло). Особое внимание

было уделено исследованию морфологических характеристик, определению фрактальной размерности профиля и поверхности металлических пленок. Важными, но вспомогательными объектами исследования, является туннельный контакт зонд-образец для изучения его ВАХ в процессе сканирования.

К настоящему времени общепризнано, что развитие микро- и наноэлектроники стимулируется фундаментальными исследованиями в области физики поверхности твердого тела, а в современной технике находят свое применение различные типы покрытий, для их получения могут быть использованы различные технологии, которые способны обеспечить получение материалов с заданными физико-химическими и эксплуатационными характеристиками. Исследование наноразмерных систем с использованием методов атомно-силовой и туннельной микроскопии в настоящее время широко развито. Таким образом, актуальность темы диссертации обуславливается необходимостью накопления экспериментальных данных по различным объектам исследования, отработки основных методик анализа получаемых результатов. Несмотря на очевидный прогресс в использовании методов атомно-силовой и туннельной микроскопии, как показывают опубликованные работы, анализ и интерпретация получаемых результатов является вовсе не тривиальной задачей, в частности, это можно распространить на отработку и унификацию методик выделения и последующего анализа границ объектов, а также методик определения структурных (морфологических) характеристик нанопокрытий.

Не оспаривая достоинства методов атомно-силовой и туннельной микроскопии в исследовании наносистем, отметим, что они позволяют получить информацию о локальных участках образца и для определенного круга задач хорошее пространственное разрешение этих методов является весьма ценным качеством. Однако, при исследовании структуры нанокомпозитов, часто требуется информация, обобщенная по плоскости образца. В связи с этим комплексное исследование структуры образца в целом

и его отдельных участков, обобщенное по площади, но дифференцированное по глубине, представляет интерес с точки зрения обнаружения фрактальных структур. Важным аспектом, который необходимо учитывать при проведении эксперимента, являются процессы, протекающие в контактной области зонд-образец. Например, для измерения вольт-амперных характеристик неприемлемо наличие механического контакта между образом и острием или даже частичный перенос вещества острия на образец. Таким образом, актуальной задачей является моделирование процессов, происходящих при технологическом использовании зонда.

В диссертационной работе А.С. Антонова применен комплексный подход при рассмотрении морфологических и фрактальных характеристик металлических пленок на диэлектрических поверхностях. Кроме того, определенный интерес представляют исследования по моделированию, а значит прогнозированию изменения структуры зонда и как следствие электрических характеристик туннельного контакта при взаимодействии зонда туннельного микроскопа с образцом для реальной, а уже не модельной системы. Результаты моделирования сравниваются с экспериментальными исследованиями и теоретическими оценками по изменению характера вольт-амперных характеристик туннельного контакта при проведении долговременного эксперимента.

Обоснованность и достоверность полученных в работе результатов обусловливается как корректностью постановки задачи, так и использованием промышленного оборудования СТМ «УМКА – 02G». При этом основные результаты данной работы по исследованию морфологических и фрактальных характеристик были дополнительно верифицированы с использованием сканирующего зондового микроскопа MFP-3D (Asylum Research, США) в режиме АСМ. Все проведенные расчеты в рамках компьютерного эксперимента являются воспроизводимыми, используемая модель применительно к исследуемым задачам адекватна и тщательно протестирована, потенциал взаимодействия в достаточной степени апробирован, полученные диссертантом

результаты моделирования термического расширения острия согласуются с известными экспериментальными данными и данными компьютерных экспериментов.

Далее перейдем к анализу содержания диссертации А.С. Антонова по главам. Во введении показана актуальность темы диссертации и приведен краткий обзор статей, описывающий как современное состояние исследуемой области, так и конкретное место, которое данная работа занимает в ней. Сформулированы цель и задачи диссертации, перечислены полученные результаты, продемонстрирована их научно-практическая ценность, а также показаны их обоснованность и достоверность. Приведены положения, выносимые на защиту, кратко описано содержание разделов диссертации.

В первой главе представлен обзор современного состояния исследований в области изучения морфологических, фрактальных характеристик наночастиц, электрических свойств туннельного контакта зонд-образец методами атомной и туннельной микроскопии, в частности, отмечены теоретические и практические аспекты изучения фрактальной размерности в наносистемах. Рассмотрена проблема взаимосвязи между механизмом напыления наноразмерных пленок и их морфологическими характеристиками.

Во второй главе описаны технические характеристики современных сканирующих зондовых микроскопов, проведен обзор основных методик туннельной микроскопии. Изложена методика подготовки образцов для изучения фрактальной размерности и электрических свойств образцов с помощью сканирующего туннельного микроскопа. Излагаются вспомогательные, но важные результаты, связанные с пониманием процессов влияющих на формирование изображения, получаемого в процессе эксперимента. Результаты получены на основе компьютерного эксперимента с использованием метода Монте-Карло для моделирования процесса взаимодействия зонда сканирующего туннельного микроскопа с образцом на примере системы медь (зонд) – золото (образец). При моделировании была выбрана медь в качестве металла, из которого изготовлен зонд, поскольку

перекрестные параметры потенциала Гупта для системы вольфрам – золото в литературе не встречаются, а использование меди, по мнению диссертанта, качественно не изменит результатов моделирования. Установлено, что тепловое расширение острия может достигать величин, сравнимых с шириной туннельного промежутка, и возможно возникновение лавинообразного процесса теплового расширения острия, приводящего к возникновению контакта между острием зонда и поверхностью образца. В моделируемых случаях изменение температуры для конфигурации конус составляет $150K$, а для случая стержня – $177K$ и отмечается, что результаты находятся в хорошем согласии с имеющимися экспериментальными данными и теоретическими оценками. Кроме того, приведены результаты по оценке размерного и температурного интервала штатного функционирования сканирующего туннельного микроскопа для изучения отдельных участков поверхности. Предполагается, что при моделировании наночастиц металлов в различных технологических процессах должны учитываться температурные режимы функционирования с учётом рабочих элементов, их поверхностные характеристики, возможность возникновения спонтанных процессов, в частности коалесценции.

На наш взгляд удачным является тот факт, что автор уделил внимание практическим аспектам использования результатов моделирования, при котором формируется контакт между поверхностью образца и острием зонда, данная технология, в частности, может быть использована при реализации поверхностной модификации (нанолитографии) образца с использованием сканирующего туннельного микроскопа.

Третья глава занимает в данной работе центральное место. Она посвящена непосредственному описанию экспериментальных результатов на примере образцов «золото на слюде», «серебро на слюде», «хром на стекле» по определению морфологических характеристик поверхности и факторов, влияющих на формирование рельефа образца. Автором для образцов «золото на слюде» и «серебро на слюде» исследованы отдельные участки профиля и

поверхности на наличие фрактальных структур. Установлено, что система кластеров на поверхности исследуемого образца является фрактальной, а также для каждого отдельного кластера зависимость натурального логарифма числа частиц от натурального логарифма размера кластера близка к линейной, что позволяет в целом считать структуру отдельных кластеров профиля и поверхности фрактальной. Таким образом утверждается, что имея возможность сопоставлять данные о режиме вакуумного напыления (плотности пучка, времени напыления и др.), а также рельефе поверхности, можно разработать технологии по «выращиванию» поверхности с заданной микро- или наноструктурой. В частности, для профиля и поверхности образца «золото на слюде» наиболее вероятное значение фрактальной размерности лежит соответственно в диапазонах $1,00 \leq D_L \leq 1,25$ и $2,00 \leq D_f \leq 2,25$ для пучков высокой плотности и $1,75 \leq D_L \leq 2,00$ и $2,25 \leq D_f \leq 2,50$ для пучков низкой плотности, в то время как для образца «серебро на слюде» – $1,00 \leq D_L \leq 1,25$ и $2,00 \leq D_f \leq 2,50$. При этом, по оценке диссертанта, на исследуемых образцах золота и серебра обнаруживались кластеры с максимальными размерностями профиля и поверхности – соответственно $D_L \approx 1,9$ и $D_f \approx 2,75$.

Показано, что результаты для отдельных кластеров в целом удовлетворяют уравнению связи фрактальной размерности для профиля и поверхности: $D_L = D_f - 1$. Распределение вероятности P в исследуемом образце кластеров с определенной фрактальной размерностью профиля и поверхности не является симметричным, при этом в нем наблюдается тенденция наличия соответствия минимумов и максимумов, что косвенно также подтверждает выполнение уравнения связи.

Во второй части главы проведенное исследование ВАХ контакта металл – металл для образцов золота, серебра и хрома с острием из вольфрама показывает, что экспериментальные результаты свидетельствуют о необходимости тщательного учета параметров, влияющих на туннельный ток, для извлечения информации об электронной структуре образца. Форма

туннельного барьера и ее изменение от приложенного напряжения существенно влияют на получаемые в СТМ данные. Для анализа экспериментальных данных необходим детальный учет прозрачности туннельного барьера. Причем эффект термического расширения острия оказывает существенное влияние на форму вольт-амперных характеристик системы даже при малых по сравнению с работой выхода напряжениях смещения. Отметим, что изменение длины острия происходит в основном за счет термического расширения, причем вклад энергии Джоуля – Ленца пренебрежимо мал в сравнении с вкладом энергии Ноттингама. При этом тепловое расширение острия может достигать величин, сравнимых с шириной туннельного промежутка, и возможно возникновение лавинообразного процесса теплового расширения острия, приводящего к возникновению контакта между острием зонда и поверхностью образца, что, по мнению диссертанта, подтверждается данными компьютерного моделирования на примере модельной системы зонд (медь) – металл (золото).

Важным фактором, определяющим достоверность и при этом оригинальность результатов, полученных в данной работе, является подробное описание результатов с использованием сканирующего зондового микроскопа MFP-3D (Asylum Research, США) в режиме АСМ (НИТУ «МИСиС», Москва) и их сопоставление с результатами СТМ «УМКА-02G» (ТвГУ, Тверь) с целью их дополнительной верификации. По результатам данных исследований диссертант отмечает справедливость выводов о том, что металлические нанокластеры на диэлектрических подложках могут иметь самоподобную фрактальную структуру. При этом отмечается, что возможны ситуации, в частности это описано для наноразмерных пленок меди, для которых, в отличие от наноразмерных пленок золота и серебра, фрактальные структуры на всей поверхности исследуемого образца не обнаруживаются, а обнаруживаются лишь на отдельных участках, что косвенно подтверждает концепцию о возможности подбора таких условий при подготовке образцов (плотность пучка, температура подложки), которые могут обеспечить получение фрактальных структур на всей поверхности. Найденные в работе значения

фрактальной размерности для профиля и поверхности с использованием двух альтернативных методов: атомно-силовой и туннельной микроскопии, с одной стороны, согласуются между собой, с другой стороны, в целом коррелируют с имеющимися результатами других авторов. Очевидно, что использование двух альтернативных экспериментальных методов позволяет строго контролировать качество получаемых изображений с целью исключения артефактов, масштабных несоответствий и учета влияния дефектов поверхности подложки или возможного появления оксидных пленок на поверхности пленки.

Таким образом, автором данной диссертации А.С. Антоновым проведено серьезное и обширное исследование, которое можно считать вполне завершенным. Вместе с тем, по данной диссертации у нас имеются замечания и пожелания:

1. В работе А.С. Антонова упоминается, что фрактальная размерность поверхности и кластерная размерность агрегатов на твердой поверхности должны быть связаны с рядом физических свойств поверхности, включая оптические свойства, а также рядом интересных физических явлений, включая гигантское комбинационное рассеяние. Однако возможность таких корреляций уже упоминалась в работе Белко и др. (2009) и в статье В.М. Самсонова и др. (2016). Хотелось бы услышать конкретные соображения о взаимосвязи между фрактальными характеристиками поверхности и ее оптическими свойствами.

2. В диссертации четко не разграничены понятия фрактальной размерности профиля рельефа, поверхности и кластерной размерности. С одной стороны, кластерная размерность это частный случай фрактальной размерности, которая определяется через число мономеров, содержащихся в кластере (агрегате). Кластерной размерности посвящена отдельная глава в монографии Е. Федера, которую цитирует диссертант (ссылка [26]). Фрактальная размерность линии находится путем ее покрытия отрезком прямой, а клеточная размерность как частный случай фрактальной размерности поверхности – покрытием поверхности соответствующими клетками. Во многих местах диссертации эти

понятия используются параллельно, что в некоторых случаях затрудняет понимание представленных в работе результатов.

3. Перед тем как определять фрактальную размерность, включая кластерную размерность, необходимо установить, что соответствующий объект является самоподобным, т.е. на некоторых масштабах мономер также состоит из кластеров меньшего размера. Самоподобие фракталов обсуждается в диссертации, но не приводятся конкретные интервалы самоподобия, хотя они, несомненно, представляют интерес.

4. В работе приводятся разные варианты одной и той же определяющей формулы для кластерной размерности, в которых, к тому же, фигурируют разные обозначения для одной и той же величины. Так в формуле (1.3) размер области (кластера) обозначен через L , а линейный размер мономера через l . В формуле (3.1) вместо L использовано обозначение R , а вместо l – обозначение a , тогда как в формуле (3.2) вместо R использовано обозначение d , и эта величина названа радиусом кластера. Неясно также, почему в формуле (3.2) фигурирует приведенная плотность (лакунарность), а в формулах (1.3) и (3.1) нет. Правда, тот факт, что в некоторых случаях автор полагал эту величину равной единице, не влияет на величину найденной фрактальной размерности.

Сделанные замечания не умаляют достоинств данной работы и в значительной степени носят характер пожеланий. Следует также отметить, что ряд открытых вопросов обуславливается отсутствием достоверных и воспроизводимых экспериментальных данных, в частности по значениям фрактальной размерности профиля и поверхности металлических покрытий, подготовленных различными методами при разных внешних условиях.

Учитывая актуальность темы диссертации, новизну и практическую значимость ее результатов, а также наличие 9 публикаций в центральных журналах, представленных в перечне ВАК, считаем, что данная диссертационная работа «Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях» в полной мере отвечает требованиям пп. 9-14 Положения о присуждении ученых

степеней ВАК Министерства образования и науки РФ (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 № 842), предъявляемым к кандидатским диссертациям по физико-математическим наукам, а ее автор Александр Сергеевич Антонов вполне заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Отзыв подготовлен доктором физико-математических наук, профессором, заведующим кафедрой физики ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет)». Рабочий адрес: 362021, РСО-Алания, г. Владикавказ, ул. Николаева, д. 44, корпус 4.

Тел.: +7(8672)407-432

e-mail: sozaeff@mail.ru

«27» февраля 2018 года

Отзыв заслушан и одобрен на заседании кафедры физики ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет)» (протокол № 6 от 27.02.2018).

Заведующий кафедрой физики

ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский

горно-металлургический институт

(государственный технологический университет),

д.ф.-м.н., профессор

В.А. Созаев

Подпись Созаева В.А. заверяю

Л.М. Базаева

Ученый секретарь Ученого совета ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет)»