ВИСНОВОК

про наукову новизну, теоретичне та практичне значення
результатів дисертації
Єфименко Ніни Олександрівни
«Формування комбінованих потоків активованих частинок в плазмових системах зі схрещеними ЕН-полями для синтезу наноструктурних покриттів»,
яка подається на здобуття наукового ступеня
доктора філософії з галузі знань 10 — Природничі науки
за спеціальністю 105 — Прикладна фізика та наноматеріали

1. Оцінка роботи здобувача у процесі підготовки дисертації і виконання індивідуального плану навчальної та наукової роботи

Аспірантка Єфименко Ніна Олександрівна виконала у повному обсязі Індивідуальний план освітньо-наукової програми підготовки доктора філософії. Освітня програма в обсязі 40 кредитів ECTS виконана у повному обсязі. Вона успішно склала наступні дисципліни:

- іспит з навчальної дисципліни «Іноземна мова для аспірантів» (97 балів);
- залік з навчальної дисципліни «Філософські засади та методологія наукових досліджень» (94 бали);
- залік з навчальної дисципліни «Підготовка наукових публікацій та презентація результатів досліджень» (97 балів);
- залік з навчальної дисципліни «Інформаційні технології у прикладній фізиці» (98 балів);
- іспит з навчальної дисципліни «Прикладні аспекти фізики твердого тіла, наноматеріалів та нанотехнологій» (95 балів);
- іспит з навчальної дисципліни «Актуальні проблеми сучасної прикладної фізикн та наноматеріалів» (96 балів).

Всі заплановані види робіт були виконані своєчасно. Здобувачка плідно співпрацювала з науковими керівниками протягом усього терміну навчання в аспірантурі.

2. Обґрунтування вибору теми дослідження.

Подальший розвиток мікро- і нанотехнологій для інженерії поверхні твердого тіла потребує постійного удосконалення існуючого та розробки новітнього обладнання. Створення кластерних та комбінованих іонно-плазмових систем (ІПС), які складаються з декількох плазмових модулів, є перспективним напрямом для отримання потоків активованих частинок з можливістю незалежного керування енергією та густиною струму іонів, електронів та хімічно активних частинок.

ІПС з комбінованими електричним Е та магнітним Н полями за сукупністю параметрів задовольняють вимогам сучасних технологій травлення та осадження тонких (менше за 10 мкм) плівок. Саме магнітне поле дозволяє локалізувати плазму в потрібній області, знизити тиск робочого газу та формувати в комбінації з електричним полем направлені потоки активованих частинок.

До таких ІПС належать магнетронні розпорошувальні системи (МРС), планарні газорозрядні магнетрони, джерела іонів (ДІ) холлівського типу з прианодним шаром електронів та ВЧ індукційні джерела плазми. Поєднання цих пристроїв в єдину систему дозволяє реалізувати сучасну технологію нанесення функціональних покриттів з додатковим іонним бомбардуванням. Асистування процесу зростання плівки іонами з різною енергією створює нерівноважний нагрів поверхні та умови для самоорганізації нанокристалітів. Саме іонне бомбардування забезпечує керування кінетикою росту покриття, формування щільних високоякісних плівок з заданими властивостями та синтез складно-композиційних наноструктурованих покриттів.

Представлена дисертаційна робота присвячена комплексним експериментальним, технологічним і теоретичним дослідженням оригінальної кластерної іонно-плазмової системи (КІПС) та новітньої комбінованої магнетронної іонно-променевої / плазмової системи (МІПС) у двох модифікаціях. Отримано результати, які дозволяють удосконалити існуючі технології синтезу оксидів, нітридів і оксинітридів алюмінію та танталу в системі КІПС для створення високоякісних покриттів, що можуть бути застосовані на імплантах в медицині. Також експериментально доведено і теоретично обґрунтовано нову

концепцію комбінованої МІПС, яка може генерувати потужні іон-електронні потоки з керованою енергією частинок.

Таким чином, тематика роботи і отримані результати становлять інтерес не тільки для фундаментальної фізики газового розряду і низькотемпературної плазми у магнітному полі, а є актуальними для розробок нової генерації іонно-плазмового обладнання для мікро- і нанотехнологій.

Мета роботи і завдання дослідження. Дослідження закономірностей та розробка нових методів генерації і керування потоками активованих частинок (іонів, електронів та радикалів) у кластерній іонно-плазмовій та комбінованій магнетронній іонно-променевій / плазмовій системах зі схрещеними ЕН полями для синтезу складно-композиційних наноструктурних покриттів.

Для досягнення поставленої мети було необхідно виконати такі **основні завдання**:

1. Удосконалити КІПС для роботи з сумішами реактивних газів та оснастити пристрій системами оптичного і мас-спектрометричного контролю.
2. Визначити інтегральні характеристики КІПС за зовнішніми параметрами: тиском робочого газу, напругою та струмом розряду при роботі в суміші аргону, кисню та азоту з мішенями з алюмінію та танталу.
3. Дослідити потоки іонів, електронів та хімічно активних частинок у процесах синтезу оксидів і оксинітридів Al і Ta та розробити рекомендації для синтезу високоякісних покриттів з Al_2O_3, Ta_2O_5 та TaON.
4. Визначити закономірності переходу з прискорювального в плазмовий рижим роботи джерела іонів в МІПС і механізм генерації іонів.
5. Дослідити взаємозв’язок магнетронного розряду та прианодного шару джерела іонів у МІПС при роботі в плазмовому режимі.
6. У дрейфовому наближені розробити феноменологічну модель МІПС та визначити механізм формування прианодного шару, враховуючи наявність різних груп електронів.

Об’єкт дослідження – кластерні та комбіновані іонно-плазмові технологічні системи зі схрещеними електричним і магнітним полями на базі магнетронного

розряду, джерела іонів холлівського типу в прискорювальному і плазмовому режимах та ВЧ-індукційного розряду.

Предмет дослідження – процеси генерації, транспортування, зарядової та струмової компенсації стаціонарних іонних потоків, умови виникнення і згасання розрядів, інтегральні та локальні характеристики розрядів у комбінованих ЕН полях; технології синтезу складнокомпозиційних наноструктурних покриттів.

Методи дослідження. Для експериментальних досліджень інтегральних характеристик розрядів (напруги запалювання, пробою і згасання залежно від тиску робочого газу, топології та напруженості магнітного поля, вольт- та ват-амперних характеристик) використовувалися штатні аналогово-цифрові вимірювальні прилади та аналогово-числові методики з виводом даних на комп'ютер.

Для вимірювання локальних параметрів плазми та потоків заряджених частинок (температури й густини електронів та іонів) застосовувалися методи одиночного та подвійного зонду Ленгмюра; для визначення енергетичних спектрів іонів – односітковий та багатосітковий зонди; просторових розподілів густини іонного струму – рухомий плоский зонд у режимі насичення іонного струму. Вимірювання та обробка зондових вольт-амперних характеристик проводилася аналоговим методом і чисельно-автоматизованим методом з застосуванням приладу «Плазмометр».

Мас-спектрометричне дослідження газової суміші, відібраної з робочої камери, проводилося з використанням мас-спектрометра РОМС-4, оснащеного додатковим іонно-сорбційним насосом зі швидкістю відкачування 100 л/с.

Для дослідження оптичної емісії з плазми використовувався спектрометр Horiba iHR-320 з дифракційними ґратками 1800 ліній/мм, який забезпечує вимірювання спектрів емісії з плазми в діапазоні (200 – 1000) нм з роздільною здатністю 1 Å.

Дослідження механічних, структурних, електрохімічних параметрів покриттів проводилися стандартними методами наноіндентування, скретч-тестування, сканувальної та просвітлювальної електронної мікроскопії, методиками EDX, AFM, XPS, XRD.

Корозійна стійкість покриттів досліджувалася шляхом потенціостатичних та потенціодинамічних вимірів, змочуваність покриттів – методами вимірювання SFE та потенціометрією.

Розрахунки топології силових ліній магнітного поля проводилися з застосуванням стандартних програм «Femm 4.2» та «COMSOL Multiphysics 5.6.».

Розробка феноменологічних моделей рівноважної плазми магнетронного розряду, прианодних і прикатодних шарів просторового заряду в схрещених полях ЕН проводилися в дрейфовому наближенні аналітичними та числовими методами.

3. Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами

1. 2017-2019 рр. НДР МОН України «Фізичні принципи іонно-плазмового синтезу та керуваннявластивостями наноструктурних складнокомпозиційних покриттів», № ДР 0117U004855.

2. 2020-2021 рр. НДР МОН України «Принципи формування діелектричних наноструктурних покриттів з оксинітридів перехідних металів методом реактивного іонно-плазмового синтезу», № ДР 0120U102129.

3. 2022-2023 рр. НДР МОН України «Біотолерантні покриття для імплантології: технології синтезу, керування властивостями, застосування в медицині», № ДР 0122U001658.

4. 2023-2025 рр. НДР НФД України «Дослідження та розробка іонно-плазмових технологій синтезу багатофункціональних складнокомпозиційних покриттів для медичних імплантів та біобезпеки», № 2021.01/0204.

4. Особистий внесок дисертанта в отримання наукових результатів та їхня новизна

Дисертантка здійснила пошук та аналіз відповідної наукової літератури, яка стосувалась теми її дисертаційного дослідження. Конкретно, її робота спрямована на вивчення формування комбінованих потоків активованих частинок у плазмових системах зі схрещеними електричними та магнітними полями з метою синтезу наноструктурних покриттів.

За співпраці з науковим керівником доктором фіз.-мат. наук Зиковим О.В., а також канд. фіз.-мат. наук Дудіним С.В. та канд. фіз.-мат. наук Яковіним С.Д.,

дисертантка виконала широкий спектр досліджень, включаючи експериментальні, технологічні й теоретичні аспекти. Дослідження проводились на кластерній іонно-плазмовій системі (КІПС), а також магнетронній іонно-променевій системі (МІПС) у двох її модифікаціях.

У наукових публікаціях, які були опубліковані у співавторстві з колегами, дисертантці належать наступні досягнення: проведення експериментів для визначення оптимального режиму формування покриттів, виготовлення зразків з покриттями для подальшого аналізу їхньої мікроструктури, вимірювання механічних характеристик отриманих покриттів, обробка та аналіз отриманих даних, а також написання текстів статей та тез доповідей, що стосуються цих досліджень.

5. Обґрунтованість і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій, які захищаються.

Обґрунтованість та достовірність наукових результатів, одержаних Єфименко Н.О. при проведенні досліджень за темою дисертаційної роботи, ґрунтуються на використані фундаментальних підходів і методів обчислювальної і математичної фізики та забезпечуються застосуванням сучасного дослідницького та технологічного обладнання. Основні результати дисертаційного дослідження опубліковані в індексованих наукових журналах та доповідалися на міжнародних наукових конференціях. Висновки дисертаційної роботи є обґрунтованими.

6. Наукове, теоретичне та практичне значення результатів дисертації.

Представлені в дисертаційній роботі результати експериментальних досліджень іонно-плазмових систем з комбінованими ЕН полями отримані в процесі виконання фундаментальних і прикладних НДР за державним замовленням. Одержані результати є актуальними та мають значення для розробки нової генерації іонно-плазмового обладнання для мікро- і нанотехнологій.

Дослідження і розробку технологій реактивного іонно-плазмового синтезу біотолерантних покриттів на основі оксиду, нітриду, оксинітриду танталу було здійснено на базі оригінальних іонно-плазмових систем КІПС та МІПС з

технологічними параметрами (зокрема, геометричні розміри, величина густини та енергії потоку іонів, склад та тиск робочих газів), які є типовими для виробничих іонно-плазмових технологічних процесів травлення і модифікації поверхні, осадження тонких плівок.

Результати досліджень були безпосередньо застосовані на практиці, а саме: у співробітництві з науковцями Інституту патології хребта та суглобів імені М.І. Ситенка Національної академії медичних наук України захисні та біосумісні покриття були сформовані на експериментальних виробах для імплантології.

7. Повнота викладення матеріалів дисертації в роботах, опублікованих автором.

Результати дисертації опубліковано в 9 працях, у тому числі в 3 статтях у наукових фахових журналах та у 6 матеріалах міжнародних конференцій.

Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати дисертації:

Наукові праці в наукових фахових виданнях України, що входять до міжнародних наукометричних баз Scopus та Web of Science:

1. Dudin S., Yakovin S., Zykov A., **Yefymenko N.** Optical and mass spectra from reactive plasma at magnetron deposition of tantalum oxynitride // Problems of Atomic Science and Technology. 131(1). P. 122-126 (2021).

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, участь у вимірюванні оптичних та мас-спектрометричних характеристик плазми DOI:10.46813/2021-131-122

2. Zykov A., **Yefymenko N.**, Dudin S., Yakovin S. Discharge characteristics of combined low energy ion source – magnetron sputtering system // Problems of Atomic Science and Technology. 130(6). P. 169-173 (2020).

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, вимірювання кривих запалення та згасання, вимірювання вольт-амперних характеристик МІПС у залежності від тиску системи, обробка та оформлення отриманих даних DOI:10.46813/2020-130-169

3. Yakovin S., Zykov A., Dudin S., Dakhov A., **Yefymenko N.** Investigation

of interaction between ion-beam plasma and processed surface during the synthesis of tantalum diboride and pentaoxide // Problems of Atomic Science and Technology. 119(1). P. 229-232 (2019).

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, участь у вимірюванні радіальних розподілів струму іонів для різних параметрів системи КІПС, а також для різних тисків аргону та кисню, аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка отриманних даних

8. Дотримання академічної доброчесності.

На підставі вивчення тексту дисертації здобувача, наукових праць здобувача та Протоколу контролю оригінальності (перевірку наявності текстових запозичень виконано в антиплагіатній інтернет-системі Strikeplagiarism.com) встановлено, що дисертаційна робота виконана самостійно, текст дисертації не містить плагіату, а дисертація відповідає вимогам академічної доброчесності.

9. Апробація матеріалів дисертації.

Результати проведених досліджень представлялись на міжнародних та вітчизняних наукових конференціях у формі доповідей та опубліковані у матеріалах наукових конференцій:

1. Zykov A., **Yefymenko N.**, Dudin S., Yakovin S., Azarenkov M. Generation of compensated ion-electron flow in the combined magnetron-ion-plasma system // Proceedings XVI International workshop “Plasma electronics and new methods of acceleration”, September 5-6, 2023, Kharkiv, Ukraine: National Science Center “Kharkov Institute of Physics and Technology”, Kharkiv, 2023. -- P. 23.

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, вимірювання залежностей параметрів системи МІПС від струму соленоїду, вимірювання гальмівних характеристик іонного потоку на столик, участь у побудові феноменологічної моделі системи, участь у теоретичних розрахунках, обробка експериментальних даних, аналіз та пояснення отриманих результатів,.

2. Yakovin S., Zykov A., Dudin S., **Yefimenko N.,** Dakhov A. Challenges of

Coating Deposition on Polymer Substrate by Magnetron Sputtering // IEEE 11th International Conference on "Nanomaterials: Applications & Properties", September 5-11, 2021, Odessa, Ukraine.

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні оптимальних режимів нанесення, а також у нанесенні покриттів на основі танталу на системі КІПС, аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка отриманих даних. DOI:10.1109/NAP51885.2021.9568593

3. Yakovin S., Zykov A., Dudin S., **Yefimenko N.,** Korneenkov V. The Energy and Ion Flux Control in MISSS for Nanostructure Coating Synthesis // IEEE 11th International Conference on "Nanomaterials: Applications & Properties", September 5-11, 2021, Odessa, Ukraine.

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, отримання залежностей напруги магнетронного розряду та джерела іонів від струму соленоїду, розрахунок топології силових ліній магнітного поля, порівняння отриманих експериментальних даних зі структурою цих ліній, вимірювання вольт-амперних характеристик магнетронного розряду та джерела іонів, вимірювання енергетичного розподілу іонів для різних режимів роботи МІПС, аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка та оформлення отриманих даних. DOI: 10.1109/NAP51885.2021.9568535

4. Yakovin S., Zykov A., Dudin S., **Yefimenko N.** A New Combined Sputtering System for Complex Nanostructured Coatings Synthesis // IEEE International Conference on "Nanomaterials: Applications & Properties", November 9-13, 2020, Sumy, Ukraine: Abstracts.

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, участь у вимірювання основних фізичних характеристиках системи (напруга магнетронного розряду, напруга джерела іонів у залежності від струму розряду, вольт-амперні характеристики системи, радіальний розподіл іонного струму до тримача зразків), участь у дослідженні технологічних характеристик МІПС (вплив конічного аноду на параметри системи, залежність твердості нанесеного покриття (алюмінію) від

температури зразка), аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка та оформлення отриманих даних

5. Zykov A., Dudin S., Yakovin S., Yefymenko N., Shchibrya A., Dahov A. Combined Magnetron-Ion-Source System for Reactive Synthesis of Complex Nanostructured Coatings // Springer Proceedings in Physics 240, p. 161-175 (2020).

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, участь у вимірювання основних фізичних характеристиках системи (напруга магнетронного розряду, напруга джерела іонів у залежності від струму розряду, вольт-амперні характеристики системи, радіальний розподіл іонного струму до тримача зразків), участь у дослідженні технологічних характеристик МІПС (вплив конічного аноду на параметри системи, залежність твердості нанесеного покриття від температури зразка), аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка та оформлення отриманих даних. DOI:10.1007/978-981-15-1742-6_15

6. Yakovin S., Zykov A., Dudin S., **Yefimenko N.**, Shchibrya A., Dahov A. Combined Magnetron-Ion-Source System for Reactive Synthesis of Complex Nanostructured Coatings // 9th International Conference on Nanomaterials: Applications & Properties, September 15-20, 2019, Odessa, Ukraine: Abstracts.

Особистий внесок здобувача: участь у визначенні цілей дослідження, вивчення наявних даних та публікацій, участь у вимірювання основних фізичних характеристиках системи (напруга магнетронного розряду, напруга джерела іонів у залежності від струму розряду, вольт-амперні характеристики системи, радіальний розподіл іонного струму до тримача зразків), участь у дослідженні технологічних характеристик МІПС (вплив конічного аноду на параметри системи, залежність твердості нанесеного покриття від температури зразка), аналіз та пояснення отриманих результатів, обробка та оформлення отриманих даних.

10. Оцінка структури, мови та стилю дисертації.

Матеріал дисертації викладено в логічній послідовності в доступній для сприйняття формі. Дисертація написана науковою мовою, стиль роботи відповідає

стилю науково-дослідницьких публікацій експериментального спрямування, під час викладання матеріалу застосовано сучасну наукову термінологію. Зміст, структура, оформлення дисертації та кількість публікацій відповідають вимогам «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії» (постанова Кабінету Міністрів України від 12.01.2022 р. № 44), наказу Міністерства освіти і науки України від 12.01.2017 р. № 40 «Про затвердження вимог до оформлення дисертацій».

11. Відповідність змісту дисертації спеціальності, з якої вона подається до захисту.

За своїм фаховим спрямуванням, науковою новизною і практичною значимістю дисертаційна робота Єфименко Н.О. «Формування комбінованих потоків активованих частинок в плазмових системах зі схрещеними ЕН-полями для синтезу наноструктурних покриттів» відповідає спеціальності 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали». Здобувачем повністю виконано освітню та наукову складову третього (освітньо-наукового) рівня вищої освіти.

12. Результат обговорення та проведення дисертації. Рекомендація дисертації до захисту.

Здобувачка представила основні результати своєї дисертаційної роботи на розширеному засіданні кафедри матеріалів реакторобудування та фізичних технологій навчально-наукового інституту «Фізико-технічний факультет» Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна щодо попередньої експертизи дисертації (Витяг з протоколу № 4 / 2023-2024 розширеного засіданні кафедри матеріалів реакторобудування та фізичних технологій від 26 жовтня 2023 року) у формі презентації та наукової дискусії після її завершення. На даному засіданні були присутні 14 співробітників ННІ «Фізико-технічний факультет» Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна, з яких 4 доктори наук, 8 кандидатів наук і 1 доктор філософії. Єфименко Н.О. було задано 9 питань, на які вона надала вичерпні відповіді. Також виступили 2 науковці (рецензенти), які позитивно відізвались про дисертаційне дослідження Єфименко Н.О.

У рамках цього розширеного засідання було ухвалено одноголосно (11 голосів) рекомендувати дисертаційну роботу Єфименко Ніни Олександрівни на здобуття наукового ступеня доктора філософії з галузі знань 10 – «Природничі науки» за спеціальністю 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали».

В.о. завідувача кафедри
матеріалів реакторобудування та фізичних технологій
ННІ «Фізико-технічний факультет»
Харківського національного
університету імені В.Н. Каразіна,
доктор технічних наук, професор Сергій ЛИТОВЧЕНКО