

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 34.01.02
ПРИ ФЕДЕРАЛЬНОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ БЮДЖЕТНОМ УЧРЕЖДЕНИИ НАУКИ
ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ ИМ. А.Ф. ИОФФЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 03.06.2021 №_5__

О присуждении Лебедеву Сергею Павловичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация **«Получение графена методом диссоциативного испарения (сублимации) поверхности SiC и исследование свойств структур графен/SiC»** по специальности 01.04.10 - физика полупроводников принята к защите «25» марта 2021 г., протокол № 3, диссертационным советом 34.01.02 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, расположенном по адресу 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 26, утвержденным 12 июля 2019 г. приказом директора ФТИ им. А.Ф. Иоффе № 75.

Соискатель Лебедев Сергей Павлович, 1984 года рождения, в 2008 г. окончил Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)» (СПбГЭТУ «ЛЭТИ») по направлению «электроника и микроэлектроника», получив квалификацию магистра. С 2008 по 2011 гг. соискатель проходил обучение в аспирантуре при СПбГЭТУ «ЛЭТИ». В настоящее время соискатель занимает должность исполняющего обязанности научного сотрудника в лаборатории физики полупроводниковых приборов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук.

Диссертационная работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, расположенном по адресу 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 26.

Научный руководитель — **Лебедев Александр Александрович**, доктор физико-

математических наук, профессор, руководитель отделения твердотельной электроники, заведующий лабораторией физики полупроводниковых приборов в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

Официальные оппоненты:

1. **Мохов Евгений Николаевич** - доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией электроники полупроводников с большой энергией связи Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

2. **Образцова Елена Дмитриевна** - кандидат физико-математических наук, доцент, заведующая лабораторией спектроскопии наноматериалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук» (ИОФ РАН).

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - **Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» (ФГАОУ ВО СПбПУ)** (195251 Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29) - в своем положительном заключении, подписанном доктором физико-математических наук, профессором Высшей инженерно-физической школы Фотиади Александром Эпаминондовичем и утвержденным проректором по научной работе ФГАОУ ВО СПбПУ, доктором физико-математических наук, член-корреспондентом Российской академии наук, профессором Сергеевым Виталием Владимировичем, отметила, что диссертационная работа является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований решена научная задача, имеющая существенное значение для современной физики полупроводников — теоретически и экспериментально исследованы преобразования морфологии поверхности монокристаллов карбида кремния при его высокотемпературной обработке, исследован механизм формирования слоев графена, изучены свойства этих слоев.

В отзыве содержится 5 замечаний:

1. При описании результатов моделирования формирования углеродных структур автор приводит одномерные зависимости их толщины от таких параметров, как рабочее давление, температура и скорость нагрева, время проведения процесса. Для наглядности было бы полезно показать трехмерные диаграммы, изобразив толщину слоя углерода цветом.

2. Каковы физические причины, обуславливающие значительную обнаруженную разницу в процессе диссоциации С-границы и Si-границы карбида кремния? Почему в случае С-границы диссоциация структуры SiC протекает одновременно на всех участках поверхности подложки, а диссоциация поверхности Si-границы начинается на краю сформировавшихся террас? Учитывается ли эта разница в применяемых автором моделях?

3. Насколько протяженными являются получаемые при оптимальных условиях графеновые пленки? Есть ли взаимосвязь между ориентацией SiC подложки и кристаллографической ориентацией графенового слоя. Образуется ли графеновый слой на боковой поверхности террас и каковы его свойства, если да?

4. Какова была ориентация террас относительно изготавливаемых тестовых образцов для исследований проводимости и подвижности, магнетосопротивления, сенсорных свойств? При переходе с террасы на террасу и при прохождении тока вдоль террас возможно проявление анизотропии свойств получаемых покрытий, о чем в работе не говорится.

5. Чувствительность и отклик сенсорных структур сильно зависят от чистоты поверхности. В работе сказано, что такие структуры готовились путем разрезания полученных подложек и нанесения электродов. В то же время, ничего не сказано о применяемых при этом технологиях очистки поверхности. Также не освещен вопрос изменения структурных и электрических свойств получаемых слоев графен/SiC и сенсорных структур на их основе при длительной выдержке в обычных условиях.

Указано, что сделанные замечания не являются принципиальными, не противоречат результатам и выводам, сформулированным в работе, и не уменьшают, тем самым, научную значимость проведенного С. П. Лебедевым исследования.

Уровень работы соответствует всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а также требованиям «Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук» от 19.08.2019, утвержденного директором ФТИ им. А.Ф. Иоффе, а соискатель, Лебедев Сергей Павлович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.10 — физика полупроводников.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации связан с их высокой квалификацией, а также сходством тематик работ, проводимых ведущей организацией и оппонентами, с тематикой диссертационной работы. На все замечания соискателем даны исчерпывающие квалифицированные ответы.

На автореферат поступило 5 отзывов, все они положительные.

1. Отзыв доктора физико-математических наук **Кукушкина Сергея Арсеньевича**, заведующего лабораторией структурных и фазовых превращений в конденсированных средах Института проблем машиноведения Российской Академии наук «ИПМаш РАН» (199178, г. Санкт-Петербург, Большой проспект В.О., д.61). Отзыв положительный, без замечаний.

2. Отзыв доктора физико-математических наук **Захарова Павла Васильевича**, профессора кафедры физики Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» (195251, Санкт-Петербург, улица Политехническая, дом 29, Главный учебный корпус). Отзыв положительный, содержит одно замечание:

а) в разделе 4.1 диссертант приводит теоретическую формулу для расчета толщины углеродной пленки. Далее следуют экспериментальные данные, соответствующие оптимальным технологическим условиям получения однородного монослойного графеного покрытия поверхности SiC. Однако автор не приводит конкретные численные теоретические значения для полученных экспериментальных параметров температуры и давления. Было бы целесообразно сравнить теоретические расчеты и экспериментальные не только качественно, но и количественно.

3. Отзыв доктора физико-математических наук **Алексеева Николая Игоревича**, профессора кафедры Микро- и нанoeлектроники Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)» (197376, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, д.5). Отзыв положительный, содержит три замечания:

а) Непонятно, почему автор остановился на варианте CMP - подготовки подложки и практически никак это не обосновывает (по крайней мере, на уровне автореферата). Известно, что вариант CARE (catalyst referred etching) дает гораздо лучшее качество и террас и графена. В экономике ли тут дело или в чём-то еще?

б) В списке работ, цитируемых автором, никак не затрагивается цикл статей, написанных в Университете Нюрнберга:

- Initial stages of the graphite-SiC (0001) interface formation studied by photoelectron spectroscopy / K. V. Emtsev, Th. Seyller, F. Speck et al. // arXiv:cond-mat/0609383 [cond-mat.mtrl-sci]

- Interaction, growth and ordering of epitaxial graphene on SiC {0001} surfaces (A comparative photoelectron spectroscopy study) / K. V. Emtsev, F. Speck, Th. Seyller, L. Ley //

Phys. Rev. B. 2008. Vol. 77. P. 155303.

- Why Multilayer Graphene on 4H-SiC 000₁ Behaves Like a Single Sheet of Graphene / J. Hass, F. Varchon, J. E. Milla'n-Otoya et al. // Phys. Rev. Lett. 2008. Vol. 100. P. 125504–10 (и полдюжины других)

и, что более существенно, полученные там более 10 лет назад результаты: последовательности реконструкций поверхности SiC, предшествующих графену, варианты газовой среды при отжиге (вакуум – инертный газ - источник газофазного Si и т.д.), геометрии (e.g., face to face), другие ухищрения, позволяющие повысить качество графена. Эти результаты перекрываются с положениями, выносимыми на защиту, в частности, с положениями 1 и 4. В связи с этим был бы желателен более тщательный выбор этих положений, в большей степени базирующийся на собственных оригинальных результатах. Тем более, что в диссертации таких результатов предостаточно.

в) Тот факт, что основные и наиболее доступные политипы SiC – 4H и 6H не влияют на качество графена, также является довольно известным результатом.

4. Отзыв кандидата физико-математических наук **Смирнова Андрея Михайловича**, ассистента факультета наноэлектроники Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский университет ИТМО» (197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., д. 49). Отзыв положительный, содержит два замечания:

а) Обычно под кристаллографической ориентацией поверхности понимают кристаллографическое направление, параллельное нормали к поверхности образца; для обозначения ориентации используются квадратные скобки, например, «[0001]», а не круглые «(0001)», как указано на странице 5 в пункте 2.

б) К сожалению, в выражении (1) на странице 12 никак не обсуждается числовой коэффициент $3.36 \cdot 10^{-8}$, не указаны его единицы измерения. Согласно выражению (1) получается, что толщина графенового слоя S_{gr} измеряется в единицах [К·с].

5. Отзыв кандидата физико-математических наук **Аргуновой Татьяны Сергеевны**, ведущего научного струнника - заведующей лабораторией дифракционных методов исследования реальной структуры кристаллов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук (194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26). Отзыв положительный, без замечаний.

Диссертационный совет отмечает, что на **основании выполненных соискателем исследований** решен комплекс технологических и фундаментальных задач, которые

являются актуальными для современной физики полупроводников, и в частности для графеновой электроники:

1. Изучен процесс эволюции морфологии поверхности монокристаллических подложек SiC в результате высокотемпературного отжига с использованием разных механизмов управления процессом сублимации поверхности SiC.

2. Осуществлено теоретическое и экспериментальное исследование процесса графитизации поверхности SiC подложек. Определены оптимальные технологические условия получения однородных монослойных пленок графена на подложке SiC методом сублимации.

3. Определено влияние параметров подложки SiC (кристаллографическая ориентация рабочей грани подложки, политип подложки, исходная морфология поверхности подложки) на однородность получаемых пленок графена.

4. Изучены транспортные свойства структур графен/SiC в магнитных полях от 0 до 30 Тл и температурном диапазоне 4.2–300 К. В слабых магнитных полях (менее 1 Тл) и при температурах ниже 100 К обнаружен эффект отрицательного магнетосопротивления графена, являющийся следствием слабой локализации. Впервые в структурах графен/SiC в магнетосопротивлении при повышении температуры продемонстрирован переход от слабой локализации к слабой антилокализации. В сильных магнитных полях (10–30 Тл) обнаружена выраженная картина осцилляций Шубникова – де-Гааза, которая демонстрирует проявление фазы Берри и четырехкратное вырождение спектра носителей вследствие двойного спинового и двойного долинного вырождений.

Практическая значимость состоит в следующем:

1. Разработана конструкция экспериментальной установки для роста графена на поверхности SiC методом сублимации, которая может быть использована в качестве основы для разработки промышленных установок роста графена на подложках SiC больших размеров (4 и 6 дюймов).

2. Разработано два способа изменения морфологии полированной поверхности коммерческих подложек SiC, позволяющих получать на ее поверхности регулярные атомно-гладкие террасы без изменения исходной стехиометрии SiC. Данные способы могут найти применение как в технологии роста графена методом сублимации поверхности SiC, так и в других технологиях, где требуется высокое качество и однородность поверхности SiC.

3. Разработана контролируемая технология получения однородных монослойных графеновых пленок методом сублимации поверхности монокристаллического SiC с использованием коммерчески-доступных подложек. Определены оптимальные параметры

роста графена. Данные сведения могут быть использованы при развитии промышленного производства графена на поверхности SiC.

4. Показана перспективность применения структур графен/SiC для создания чувствительных сенсорных элементов, принцип работы которых основан на изменении проводимости графена при адсорбции на его поверхности молекул определенных химических соединений. Данные элементы могут быть использованы в качестве основы для создания газовых и биологических сенсоров.

Диссертация является законченным, последовательным и согласованным научным трудом, имеющим как фундаментальное, так и прикладное значение.

Достоверность и надежность результатов.

Достоверность полученных результатов подтверждается хорошим согласием между экспериментальными данными, полученными разными исследовательскими методиками. Также достоверность результатов подтверждается согласованностью теоретических расчетов и результатов экспериментов. Результаты работы представлялись и обсуждались на отечественных и международных конференциях.

Апробация работы.

Результаты исследований, представленных в диссертации, докладывались на следующих международных конференциях:

- 10-я, 11-я, 13-я и 14-я Международные конференции «Передовые углеродные наноструктуры» (ACNS), Санкт-Петербург, 2011, 2013, 2017 и 2019 годы.

- 28-й международный симпозиум «Наноструктуры: физика и технология», Беларусь, Минск 2018 г.

- 6-й международный симпозиум по графеновым приборам (ISGD-6), Санкт-Петербург 2018 г.

- II Международная научно-практическая конференция «Графен и родственные структуры: синтез, производство и применение», Тамбов 2017 г.

- 8-я, 9-я, 10-я, 12-я Европейские конференции «Карбид кремния и родственные материалы» (ECSCRM), Осло 2010, Санкт-Петербург 2012, Гренобль 2014, Бирмингем 2018.

Личный вклад автора.

Вклад диссертанта состоит в том, что им была разработана конструкция и произведена сборка установки для роста графена методом сублимации поверхности SiC, а также

разработана технология получения однородных монослойных графеновых пленок на поверхности коммерческих подложек SiC с использованием данной установки. Диссертант проводил теоретические и экспериментальные исследования, анализировал их результаты, формулировал выводы, а также и участвовал в подготовке публикаций и представлял результаты исследований на конференциях и семинарах.

По результатам исследований, составляющих содержание диссертации, опубликовано 19 научных работ. Все статьи опубликованы в реферируемых журналах, включенных в систему цитирования Web of Science. Среди опубликованных статей по теме диссертации наиболее важными являются следующие (в скобках указан личный вклад автора):

1. Lebedev S. P. Formation of Periodic Steps on 6H-SiC (0001) Surface by Annealing in a High Vacuum / S. P. Lebedev, V. N. Petrov, I. S. Kotousova, A. A. Lavrent'ev, P. A. Dement'ev, A. A. Lebedev, A. N. Titkov // *Materials Science Forum.* – 2011. – Vols. 679–680. – P. 437–440. (получение структур, обработка и интерпретация результатов, подготовка статьи).

2. Лебедев С. П. Исследование влияния водородного травления поверхности SiC на последующий процесс формирования пленок графена / С. П. Лебедев, И. С. Бараш, И. А. Елисеев, П. А. Дементьев, А. А. Лебедев, П. В. Булат // *ЖТФ.* – 2019. – т. 89, вып. 12. – С. 1940–1946. (получение структур, анализ экспериментальных данных, подготовка статьи).

3. Давыдов В. Ю. Исследование кристаллической и электронной структуры графеновых пленок, выращенных на 6H-SiC (0001) / В. Ю. Давыдов, Д. Ю. Усачев, С. П. Лебедев, А. Н. Смирнов, В. С. Левицкий, И. А. Елисеев, П. А. Алексеев, М. С. Дунаевский, О. Ю. Вилков, А. Г. Рыбкин, А. А. Лебедев // *ФТП.* – 2017. – т. 51, вып. 8. – С. 1116–1124. (рост образцов графена, участие в обсуждении результатов и подготовке статьи).

4. Lebedev S. P. Surface morphology control of the SiC (0001) substrate during the graphene growth / S. P. Lebedev, D. G. Amel'chuk, I. A. Eliseyev, I. S. Barash, P. A. Dementev, A. V. Zubov, A. A. Lebedev // *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures.* – 2020. – Vol. 28, issue 4. – P. 281–285. (планирование и проведение экспериментов, анализ экспериментальных данных, подготовка статьи).

5. Agrinskaya N. V. Characteristic features of the magnetoresistance related to structured defects in graphene on SiC (0001) / N. V. Agrinskaya, A. A. Lebedev, S. P. Lebedev, M. A. Shakhov, E. Lahderanta // *Mater. Res. Express.* – 2019. – Vol. 6. – 035603. (рост образцов графена, участие в обсуждении результатов и подготовке статьи).

6. Novikov S. Highly sensitive NO₂ graphene sensor made on SiC grown in Ta crucible / S. Novikov, Yu. Makarov, H. Helava, S. Lebedev, A. Lebedev, V. Davydov // *Materials Science Forum.* – 2016. – Vol. 858. – P. 1149–1152. (рост образцов графена, участие в обсуждении результатов и подготовке статьи).

7. Усиков А.С. Исследование чувствительной способности графена для применений в качестве биосенсоров / А. С. Усиков, С. П. Лебедев, А. Д. Роенков, И. С. Бараш, С. В. Новиков, М. В. Пузык, А. В. Зубов, Ю. Н. Макаров, А. А. Лебедев // Письма в ЖТФ. – 2020. – т. 46, вып. 10. – С. 3–6. (рост образцов графена, участие в обсуждении результатов и подготовке статьи).

На заседании 03 июня 2021 г. диссертационный совет принял решение присудить Лебедеву С.П. ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования членов диссертационного совета в количестве 20 человек, из них 14 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, проголосовали:

За присуждение Лебедеву Сергею Павловичу ученой степени кандидата физико-математических наук

подано голосов – 20

Против – 0.

Недействительных бюллетеней – 0

Председатель диссертационного совета,
академик РАН, доктор физ.-мат. наук, профессор

Сурис Роберт Арнольдович

И.О.ученого секретаря диссертационного совета,
доктор физ.-мат. Наук

Шубина Татьяна Васильевна

03 июня 2021 г.