

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию

**Крупина Андрея Викторовича**

**«Процессы роста и свойства эпитаксиальных гетероструктур со слоями дифторидов никеля и кадмия», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния**

Дальнейший прогресс в различных областях микро- и наноэлектроники во многом определяется уровнем развития технологии гетероэпитаксиального выращивания слоев различных материалов. Среди технологических методов формирования эпитаксиальных слоев процессы молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ), ставшие предметом исследований А.В. Крупина, благодаря своей относительной простоте и возможности прецизионного контроля условий выращивания в настоящее время привлекают пристальное внимание исследователей во всем мире. Оснащение оборудования, используемого для осуществления процессов МЛЭ, современными разнообразными диагностическими приборами, позволяет «in situ» получать бесценную информацию о составе, свойствах и строении формирующихся слоев и гетероструктур как в процессе их роста, так и после окончания процесса. Действительно, накопленные экспериментальные результаты по выращиванию разнообразных эпитаксиальных слоев и гетероструктур методом МЛЭ позволили для некоторых материалов получить глубокие и достоверные представления о механизмах эпитаксиального роста, влиянии характера морфологии и дефектности поверхности подложки на параметры структуры осаждаемых слоев и т.д. Несмотря на кажущуюся простоту процессов молекулярно-лучевой эпитаксии, их закономерности сложны, механизмы поверхностных процессов в подавляющем большинстве случаев не известны, влияние технологических параметров (температуры подложки и источника, взаимное расположение источника и подложки) на характеристики получаемых слоев плохо предсказуемо и требует экспериментального изучения. В этой связи тема диссертационной работы А.В. Крупина, посвященной исследованию

процессов молекулярно-лучевой эпитаксии дифторидов никеля и кадмия, включающему выяснение структурных фазовых переходов, изучение кинетических явлений в процессе роста гетероструктур, несомненно, является актуальной. Актуальность выбранной темы обусловлена и тем обстоятельством, что исследованные в диссертационной работе слои дифторидов никеля и кадмия в настоящее время представляют большой практический интерес как диэлектрические и люминесцентные материалы, а также как покрытия с уникальными магнитными свойствами. Особенно хотелось бы отметить тот факт, что значительное количество исследований в области получения разнообразных гетероструктур молекулярно-лучевой эпитаксией, выполняемых российскими учеными характеризуются новизной и оригинальностью, поэтому диссертационная работа А.В. Крупина служит дальнейшему укреплению роли отечественной науки и технологии в этом направлении.

На первом этапе работы диссертантом были проанализированы некоторые свойства и особенности кристаллической структуры фторидов металлов второй группы и группы железа. Более детальное рассмотрение сведений о процессах эпитаксиального роста дифторидов позволило диссертанту выявить основные проблемы, возникающие при эпитаксиальном выращивании фторидов на кремниевых и фторидных подложках различной кристаллографической ориентации, а также определить технологические факторы, существенно влияющие на структуру и свойства получаемых слоев. Интерес представляет и анализ люминесцентных свойств слоев фторидов, легированных редкоземельными элементами, так как на основе результатов исследования спектров фотолюминесценции гетероструктур с их участием удастся не только характеризовать совершенство кристаллической структуры слоев, но и оценивать упругие напряжения в структурах.

Важное значение для науки и практического использования имеют результаты экспериментальных исследований процесса МЛЭ слоев дифторида никеля на подложках Si (111) с буферным слоем  $\text{CaF}_2$  (111), позволившие А.В. Крупину установить режимы роста, обеспечивающие получение гладких монокристаллических слоев. Особо следует отметить впервые установленный факт стабилизирующего влияния подложки на формируемую в слоях метастабильную фазу  $\text{NiF}_2$  с орторомбической структурой, которая ранее не обнаруживалась при нормальных условиях.

Автору удалось показать, что существует критическая толщина слоя дифторида никеля, в пределах которого сказывается стабилизирующее влияние подложки. Научный интерес представляют результаты, полученные диссертантом по установлению влияния температуры подложки на кристаллографическую ориентацию слоев дифторида никеля на гетерогранице с дифторидом кальция, причем они достаточно убедительно объясняются с использованием результатов выполненного качественного кристаллохимического анализа.

Большую научную и практическую значимость имеют полученные диссертантом результаты по выращиванию слоев дифторида никеля на гофрированной поверхности  $\text{CaF}_2$  (110) с гранями (111) и  $(11\bar{1})$ , свидетельствующие о наличии эффекта монодоменизации кристаллической структуры образующегося слоя с увеличением его толщины. Положительной оценки заслуживает попытка А.В. Крупина построить математическую модель роста слоя на гофрированной поверхности, позволяющую дать оценку характерной длины поверхностной диффузии на грани (101) и определить соотношение времен встраивания молекул  $\text{NiF}_2$  для граней (100) и (101). Научный интерес представляют результаты изучения влияния угла падения молекулярного пучка на морфологию поверхности образующегося слоя фторида никеля на гофрированной поверхности  $\text{CaF}_2$  (110), свидетельствующих о влиянии угла падения на доменную структуру кристалла.

Несомненный научный интерес представляют результаты, относящиеся к экспериментальному исследованию процесса молекулярно-лучевой эпитаксии слоев дифторида кадмия на кремниевых подложках с буферным слоем  $\text{CaF}_2$  (111). Изучая начальные стадии роста слоев, анализируя характер влияния температуры подложки и скорости осаждения на средний размер и угол наклона фасеток, образующихся на поверхности фторида кальция, диссертанту удалось показать, что морфология поверхности растущих слоев дифторида кадмия определяется кинетическими явлениями при их формировании. В работе показано, что размеры тетраэдрических пирамидоидальных образований на поверхности образующегося слоя  $\text{CdF}_2$  (111) зависят от толщины слоя в соответствии со степенным законом, что хорошо согласуется с теорией Зигерта и Плишке.

Научная значимость и практическая ценность полученных А.В. Крупиним результатов тесно взаимосвязаны: результаты изучения влияния технологических параметров процесса молекулярно-лучевой эпитаксии на морфологию и структуру осаждаемых пленок дифторидов никеля и кадмия, являются основой для разработки практических методик выращивания разнообразных гетероструктур и сверхрешеток на их основе. Несомненный научный и практический интерес представляют результаты, относящиеся к изучению разнообразных оптических явлений в сверхрешетках, полученных из дифторидов, легированных редкоземельным элементом - европием.

Достоверность выводов, содержащихся в диссертации, обусловлена применением современной методологии научных исследований и комплекса использованных разнообразных экспериментальных методов и подтверждается совокупностью приведенных экспериментальных данных, применением современных методов математической обработки данных, критическим анализом полученных результатов, сравнением с работами других исследовательских групп. Работа выполнена на высоком научном уровне.

Результаты диссертационной работы прошли надежную апробацию. Они опубликованы в ряде журналов, включая международные, широко представлены на международных и российских конференциях.

Вместе с тем, считаю необходимым сделать по диссертационной работе следующие замечания:

1. Мне представляется, что актуальность темы диссертационной работы обоснована недостаточно убедительно, а этот раздел содержит излишние детали. Степень разработанности темы вообще не упоминается.
2. Если цель исследований, хоть и слишком общо, но все же сформулирована, то задачи, подлежащие решению в ходе выполнения работы для ее достижения, не приведены (стр.4. автореферата). Также в автореферате не охарактеризованы ни объекты исследования, ни использованные методы исследования, что необходимо делать в соответствии с требованиями ВАК.
3. К сожалению, раздел «научная новизна и практическая значимость» (стр.4. автореферата) содержит общие фразы. Например, фраза

«Научная новизна работы определяется ее результатами, полученными впервые» (стр.5.автореферата) вызывает смешанные чувства. Теоретическая и практическая значимость работы также не отражены ни в диссертации, ни в автореферате.

4. У диссертанта неправильные представления о таких понятиях, как «решетка» и «кристаллическая структура». На стр.9,10 (и таких мест по тексту диссертации много) автор пишет «... гранецентрированную кубическую решетку типа флюорита». Как известно, существует 14 решеток Бравэ, среди которых 3 кубических (примитивная, объемно-центрированная и гранецентрированная), а термин флюорит обычно используется для характеристики структурного типа. Более того, обсуждая, например, структуру флюорита не надо «сдвигать решетки на  $\frac{1}{4}$  длины каждой пространственной диагонали...». Решетка для всей структуры является единой, и она не содержит атомов, это лишь трансляционное распределение точек в пространстве. А уж если диссертант приводит пространственную группу (например,  $m\bar{3}m$ ), то для описания пространственного расположения атомов в структуре необходимо задать две различные правильные системы точек, по которым располагаются атомы кальция и фтора. В работе неправильно обозначаются отрицательные индексы Миллера.  
Хотелось бы также получить пояснения определения «сверхрешетка», приведенного на стр.17.
5. Во второй главе, посвященной описанию использованных в работе экспериментальных методик, с моей точки зрения, очень конспективно описана как использованная технологическая аппаратура, так и методика проведения процессов молекулярно-лучевой эпитаксии. Практически отсутствуют характеристики чистоты используемых для подготовки поверхности подложек реагентов (марка «ОСЧ» (стр.52) ни о чем не говорит), отсутствуют погрешности измерения технологических параметров процесса. В то же время в этой главе излишне подробно описываются стандартные методы атомно-силовой микроскопии, методики измерения толщины слоев, исследования их кристаллической структуры, при этом какие-либо сведения о погрешностях и точностях измерений отсутствуют.
6. На стр. 72 диссертации автор формулирует так называемые «эпитаксиальные соотношения» на гетерогранице между дифторидами

- никеля и кальция, причем одно из них получает, сославшись на рис.3.3. Мне показалось, что это заключение требует дополнительных пояснений.
7. При построении модели роста слоев дифторида никеля автор сделал допущение о том, что «в модели допускалась диффузия молекул между гранями одного домена и не допускалась между разными доменами» (стр.85). Хотелось бы услышать, что дает это допущение, и почему его можно сделать.
  8. В диссертации мне не удалось обнаружить какой-либо информации о технологии выращивания гетероструктур и сверхрешеток из слоев дифторидов, легированных европием.
  9. К сожалению, почти по всему тексту диссертационной работы, автор ограничивается констатацией экспериментально обнаруженных фактов, не уделяя достаточного внимания их обсуждению и формулированию выводов или заключений.
  10. Диссертация оформлена не в соответствии с требованиями. Практически все рисунки содержат надписи на английском языке, причем без пояснений (например, рис. 1.4, 1.6, 2.12, 3.4, 5.13), на некоторых графиках не обозначены оси (например, рис 4.6). В тексте диссертации встречаются и единицы измерения на английском языке (стр. 19, 106). Ссылки на использованные источники также не соответствуют стандарту.

Изложенные замечания не снижают общей положительной оценки работы. Упомянутые важные для квалификационной работы разделы «Научная новизна», «Теоретическая и практическая ценность работы» должны быть сформулированы диссертантом при публичной защите диссертационной работы. Считаю, что в целом диссертация А.В. Крупина является законченной научно-исследовательской работой, выполненной на актуальную тему. Тема диссертации соответствует специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния. Диссертация содержит совокупность новых результатов и положений, имеет внутреннее единство и свидетельствует о достаточно высоком экспериментальном и научном уровне автора. Автореферат и опубликованные работы полностью отражают содержание диссертации.

Считаю, что диссертационная работа А.В. Крупина, представленная на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, в основном отвечает требованиям ВАК, а ее автору может быть присуждена ученая степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Отзыв составлен 29 апреля 2014 года.

Официальный оппонент -

Заведующий кафедрой «Физико-химия  
и технологии микросистемной техники»

Санкт-Петербургского государственного  
политехнического университета,

профессор, д.х.н.



С.Е. Александров

Подпись *С.Е. Александрова*  
работавшего в должности *зав. кафедрой*

ФГБОУ ВПО "СПбГПУ" заверяю

Специалист по кадровой работе *С.И. Шестин*

*29.04.2014г.*

Сергей Евгеньевич Александров

Тел.: +7(812)5526171 e-mail: salexandrov@spbstu.ru