

**УТВЕРЖДАЮ**

**Проректор ФГАОУ ВО СПбГЭТУ «ЛЭТИ»**

**по научной работе, д.т.н., проф.**

**Тупик В.А**

« » \_\_\_\_\_ 2021 г.



ведущей организации – Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» имени В.И. Ульянова (Ленина)

**СПбГЭТУ «ЛЭТИ»**

**на диссертационную работу Аргуновой Татьяны Сереевны  
на тему:**

**«Микроструктура монокристаллов карбида кремния по данным рентгеновского фазово-контрастного изображения и топографии в синхротронном излучении»,  
представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук  
по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния**

**1. Актуальность избранной темы**

Принятая «Федеральная научно-техническая программа развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры», в рамках которой должны получить развитие методы исследования материалов с использованием синхротронного излучения (СИ).

Материал электронной техники – полупроводниковый карбид кремния (SiC) – продолжает привлекать внимание исследователей. Выдвигаются требования по синтезу более совершенных коммерческих кристаллов, что требует исследовать их реальную структуру на микроуровне с целью управления электрофизическими свойствами материала.

Целью диссертационной работы является изучение процессов дефектообразования в монокристаллах SiC на микроуровне с использованием современных методов анализа в жестком синхротронном излучении. Постановка задачи включает развитие количественных методов анализа, что поднимает уровень работы. Обращает на себя внимание и тот факт, что такой метод визуализации как рентгеновский фазовый контраст, еще не был средством

систематического исследования микродефектов в слитках SiC. В свою очередь, практический интерес к кристаллам SiC стал стимулом для дальнейшей разработки этого метода. Таким образом, цель настоящего исследования актуальна и своевременна.

## **2. Новизна исследований, полученных результатов и выводов, сформулированных в диссертации**

Новизна исследований не вызывает сомнений. От исследований других ученых, выполненных методами получения изображений в жестком СИ (и описанных соискателем в литературном обзоре), данную работу отличает количественный характер результатов. Как известно, основной вклад в развитие технологий получения монокристаллов SiC с низкой плотностью микротрубок внесли те методы, при помощи которых исследователи могли не только наблюдать микротрубки, но и устанавливать их количественные характеристики. Используемый в данной работе метод фазово-контрастного изображения на просвет определяет размеры микропор путем решения обратной задачи восстановления профиля сдвига фазы в объекте из профиля измеряемой интенсивности. Для этого был разработан алгоритм и написана компьютерная программа моделирования изображений микротрубок с сечением (в общем случае) эллиптической формы.

Новые результаты, обобщены в виде первых двух положений, представленных к защите. Первое положение утверждает, что получено изображение микропор субмикронного размера в объеме кристалла без использования фокусировки и без разрушения образца. Согласно второму положению, заявлено определение размеров микропор. Необходимо подчеркнуть, что без моделирования фазово-контрастных изображений определение размеров было бы просто невозможно. А простое наблюдение едва ли способно привести к физически обоснованным моделям поведения дефектов.

Методы фазово-контрастного изображения и топографии применялись совместно с методами оптической и сканирующей электронной микроскопии. Включения инородных политипов выявлялись методом фотолюминесцентной микроскопии. Для объяснения результатов были разработаны модели, подкрепленные количественными оценками.

Несомненный интерес представляет эффект образования пор на границах включений инородных политипов SiC в результате миграции дислокационных микротрубок из объема растущего кристалла. Рост пор по механизму поглощения микротрубок и зарастание пор в условиях стабилизации основного политипа представляют собой неизвестный ранее фактор снижения плотности дефектов структуры. Не менее интересны реакции между микротрубками, которые происходят как в плотных ансамблях, так и на расстоянии между дислокациями внутри трубок. С понижением плотности дефектов взаимодействие на

расстоянии играет важную роль; оно приводит к уменьшению или аннигиляции векторов Бюргера и зарастанию трубок. Наряду с подавлением источников зарождения микротрубок, уже описанных другими авторами, новые коллективные эффекты, установленные в настоящей работе, способствуют улучшению совершенства растущего кристалла SiC.

### **3. Обоснованность научных положений и выводов, сформулированных в диссертации**

Диссертационная работа включает два направления, которые условно можно охарактеризовать как «методическое» и «исследовательское». При этом результаты по первому направлению являются базисом для появления новых экспериментальных результатов их интерпретации. Разработка метода компьютерного моделирования фазово-контрастных изображений для определения размеров сечений микропор в объеме монокристаллов позволила выявить неизвестные ранее морфологические особенности и коллективные эффекты в поведении микротрубок с дислокационным зарядом в растущих слитках SiC.

Убедительно показано, что ни один из традиционных методов изучения – оптическая микроскопия, рентгеновская топография и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) – не дает возможности наблюдать на микроуровне за морфологией трубок в объеме кристалла так, как это делает метод фазового контраста с использованием СИ. Без изменения размеров и толщины коммерческой подложки можно охватить наблюдением достаточно большую площадь образца. Это позволило соискателю визуализировать эволюцию дефектной структуры в слитках, растущих в условиях осевого температурного градиента. Для других кристаллов, выращенных в условиях, которые обеспечивают свободное распространение за пределы контура кристалла-затравки, установлены определенные ранее неизвестные процессы дефектообразования.

Следует также отметить полученные в работе данные о типе дефектной структуры в кристаллах нитрида алюминия (AlN). Они интересны и полезны тем, что помогают найти способы снижения плотности дислокаций в коммерческих темплейтах AlN/SiC.

Достоверность и надежность экспериментальных результатов обеспечена использованием самого современного оборудования. Для решения поставленных задач выбраны корректные методы. Выводы подтверждены сопоставлением с теоретическими моделями и результатами расчетов.

#### **4. Значимость для науки и практики полученных автором результатов**

Довольно долгое время рентгеновские фазово-контрастные изображения использовались лишь для экспериментального наблюдения за состоянием микроструктуры вещества; особенно на источниках СИ умеренной яркости, где ради увеличения интенсивности были устранены монохроматоры пучка. В то же время принципы количественного подхода были заявлены вместе с появлением нового метода еще в конце прошлого века. Развитие принципов требовало адаптации к излучению с довольно широким спектром. Это было сделано путем интеграции изображений для монохроматических гармоник с весом, соответствующим реальному спектру СИ, измеряемому детектором.

Настоящее исследование совмещает достоинства экспериментального наблюдения микропор и теоретического моделирования их изображений. Во второй главе описаны одномерный или двумерный расчеты контраста, которые вносят заметный вклад в актуальное направление рентгеновской визуализации. Это направление стало значимым приоритетом в строительстве новых и модернизации устаревших источников СИ.

Следует ожидать, что накопление экспериментального материала по дефектообразованию в объемных кристаллах SiC может быть эффективен при восстановлении отечественного производства подложек большого диаметра для электронных приборов нового поколения.

Не менее актуальными следует признать результаты, полученные для кристаллов AlN. Хотя последний еще не достиг ни размеров, ни совершенства SiC. Подложки AlN диаметром до двух дюймов уже представлены на мировом рынке. Снижение стоимости подложек напрямую зависит от увеличения их площади.

#### **5. Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации**

Разработанный соискателем количественный подход к диагностике микропор в монокристаллах не ограничивается только карбидом кремния. Поры в виде трубок с сечениями микро- и нанометровых размеров были обнаружены в ферритах-гранатах, оксиде Y-Ba-Cu и нитриде галлия. Ярким примером образования газовых пузырей является кристаллизация изделий из сапфира по методу профессора Степанова. Научное и индустриальное сообщества, заинтересованные в практическом применении широкого класса материалов с первичными порами, приобретают новый инструмент исследования. Условием его оптимального использования является высоко-когерентное синхротронное излучение

большой яркости. Последнее учтено в Федеральной программе строительства источника СИ на 6 ГэВ.

#### **6. Соответствие содержания диссертации заявленной специальности и отрасли науки**

Основу единства диссертации составляют дифракционные методы исследования реальной структуры кристаллов, среди которых упор сделан на новый метод рентгеновского фазово-контрастного изображения и на традиционный метод рентгеновской топографии. Сочетание методов позволяет изучать дефекты разной природы в объеме образца.

По ходу исследования привлекаются другие традиционные методы – оптические, люминесцентный, электронно-микроскопический. Последние призваны дополнить информацию рентгеновского изображения. В то же время они выгодно оттеняют новизну информации, которую дает фазово-контрастное изображение объекта на просвет.

Диссертация носит законченный характер и соответствует заявленной специальности, поскольку посвящена одному главному объекту – монокристаллическому карбиду кремния, и в то же время, родственному ему нитриду алюминия. Появление объемных монокристаллов AlN обусловлено кристаллохимическим родством AlN и SiC. Цель работы едина и состоит в исследовании дефектов кристаллической структуры и развитии компьютерного моделирования изображений. Основные результаты позволяют сделать заключение, что цель работы достигнута.

#### **7. Полнота изложения материала диссертации в опубликованных работах**

Данная диссертация обобщает результаты большого количества экспериментов, проделанных на установках класса «мегасайенс» – источниках синхротронного излучения. Такая работа могла быть выполнена только исследователем, обладающим высокой квалификацией. Публикации автора имеют хороший рейтинг, новизну и практическую ценность.

Обращает на себя внимание значительный объем и уровень публикаций. Три главы в книгах открытого доступа, размещенных в интернет, имеют высокий уровень просмотра и скачивания. Из 37 статей половина опубликована в журналах первого квартиля. Остальные опубликованы в журналах второго квартиля и в сборниках материалов престижных международных конференций. Данную работу, выполненную в течение длительного промежутка времени, можно с уверенностью считать показателем высокой квалификации соискателя.

## 8. Достоинства и недостатки работы

Среди недостатков диссертации следует отметить дискуссионный характер интерпретации некоторых экспериментальных результатов. Это касается:

- объяснения эллиптической формы сечения некоторых микротрубок;
- роли термонапряжений в процессах эволюции микротрубок;
- модели релаксации напряжений несоответствия в AlN/SiC.

По первому пункту автор отсылает читателя к работам известных теоретиков, в которых, наряду с винтовым, обоснован краевой или смешанный тип дислокаций внутри трубок. При этом автор не приводит собственный экспериментальный анализ типов дислокаций.

Что касается термонапряжений, весьма характерных для кристаллов SiC, то их оценка привлечена лишь дважды: при объяснении бесконтактной реакции и при качественной интерпретации формирования плоских дефектных границ в слитках гексагонального габитуса.

Наконец, генерация и скольжение дислокаций с поверхности растущего слоя AlN не подтверждены экспериментально.

Для ученых-практиков, которые занимаются ростом кристаллов и их применением для приборов, было бы полезно ознакомиться с обобщением наблюдений соискателя над размерами сечений дислокационных микротрубок и их плотностью. Как было установлено ранее, вероятность закрытия трубок по механизму расщепления супердислокаций на дислокации со сплошным ядром, связана с вектором Бюргерса супердислокаций.

Критическим замечанием, которое можно адресовать работе в целом, является недостаток информации о количестве испытанных образцов. Условия их получения описаны недостаточно подробно. В то же время очевидно, что для достоверности выводов необходима статистика результатов наблюдений.

## 9. Заключение

Диссертационная работа Аргуновой Татьяны Сергеевны обладает внутренним единством, содержит новые научные результаты и ее содержание соответствует заявленной специальности. В ней представлено законченное экспериментальное исследование, которая вносит значительный вклад в развитие материаловедения страны, оно может быть охарактеризовано как научно-квалификационная работа, соответствующая требованиям пункта 9 « Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 29.09.2013 г. №842, предъявляемых к диссертациям на

соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07: «Физика конденсированного состояния», а ее автор Аргунова Т.С. заслуживает присуждения искомой степени.

Доклад Аргуновой Т.С. по теме диссертации заслушан на совместном семинаре кафедры микро- и нанoeлектроники и инжинирингового центра «Микротехнологии и диагностики» СПбГЭТУ 27 мая 2021 г. (Отзыв - Протокол №5 от 27.05.2021 г.)

**Руководитель семинара**  
доктор технических наук,  
профессор,  
зав. кафедрой микро- и нанoeлектроники,  
директор инжинирингового  
центра «Микротехнологии и диагностики»  
Санкт-Петербургского государственного  
электротехнического университета  
СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

**В.В. ЛУЧИНИН**

**Секретарь семинара**  
Доктор технических наук,  
профессор каф., микро- и нанoeлектроники,  
СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

**А.О. ЛЕБЕДЕВ**

*Контактные данные:*  
197022, г. Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, 5.  
тел. +7(812)234 1682.  
cmid\_leti@mail.ru

