



«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по научной работе

Санкт-Петербургский государственный университет

С.В. Микушев

«16» мая 2022 г.

ОТЗЫВ

ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

на диссертацию Гращенко Александра Сергеевича

**«МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК НАНО-SiC,
СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ЗАМЕЩЕНИЯ АТОМОВ НА Si И
ГЕТЕРОСТРУКТУР, ВЫРАЩЕННЫХ НА ИХ ОСНОВЕ»,**

представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.1.8 (ранее 01.02.04) – механика деформируемого твердого тела в диссертационный совет Д 002.075.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук

Диссертация посвящена экспериментальному исследованию и измерению механических и деформационных характеристик новых полупроводниковых тонкопленочных гетероструктур, таких как: SiC/Si, AlN/SiC/Si, GaN/SiC/Si и GaN/AlN/SiC/Si. Отметим, что тонкопленочные структуры SiC на Si (SiC/Si), получаемые методом согласованного замещения атомов, не имеют мировых аналогов. Это абсолютно новый материал. Его механические свойства не известны. В общем случае это композиционный материал, поэтому он является наиболее сложным и, в тоже время весьма интересным объектом для исследований большинства механических свойств. Полученные данные о величине механических модулей, параметров и характеристик нового материала SiC/Si, с учетом отмеченных особенностей метода наноиндентирования, являются важным вкладом в мировую справочную базу данных механических свойств материалов.

Использование для роста пленок AlN и GaN гибридных подложек SiC/Si,

синтезированных с помощью согласованного замещения атомов, позволяет осуществить интеграцию традиционной кремниевой микроэлектроники с современными полупроводниковыми материалами. Поэтому исследование деформационных свойств гетероструктур AlN/SiC/Si, GaN/SiC/Si и GaN/AlN/SiC/Si, сформированных на гибридных подложках SiC/Si является актуальной проблемой. Весьма актуально и определение механических свойств эпитаксиальных пленок соединения оксида галлия моноклинной сингонии β -Ga₂O₃. Этот широкозонный полупроводниковый материал является перспективным новым материалом и, благодаря ряду физических свойств, может составить конкуренцию таким полупроводникам, как нитриды алюминия и галлия. В рамках настоящей диссертации, на кремниевых подложках, с предварительно синтезированным на них буферным слоем карбида кремния SiC, впервые, методом хлорид-гидридной эпитаксии (ХГЭ), были выращены пленки β -Ga₂O₃ и были проведены исследования их структурных и механических характеристик. Механические исследования эпитаксиальных слоев Ga₂O₃, выращенных на гибридных подложках с различными кристаллографическими направлениями (SiC/Si(001), SiC/Si(011) и SiC/Si(111)) ранее не проводились. Эти исследования являются актуальными, востребованными и открывают новые возможности для дальнейшего развития исследования в этом направлении.

Структурно диссертация состоит из введения, 4 глав и списка литературы из 129 наименований. Общий объем рукописи составляет 140 страниц машинописного текста. Работа содержит 46 рисунков, 8 таблиц.

Во **Введении** обоснована актуальность темы, сформулирована цель работы и задачи исследования, научная новизна диссертационной работы, выносимые на защиту научные положения и результаты.

Первая глава посвящена описанию экспериментальной методики наноиндентирования (НИ) и подходов, использующихся для анализа данных наноиндентирования, как объемных тел, так и структур пленка-подложка. Приводятся данные по устройству приборов, на которых осуществляется концепция наноиндентирования. Описывается устройство конкретного прибора, на котором проводились измерения механических свойств кристаллических структур, анализируемых в диссертации. Так же в первой главе приведено описание метода согласованного замещения атомов, который позволяет синтезировать наномасштабные слои монокристаллического SiC внутри матрицы Si. Рассмотрено историческое развитие

метода и сформулирована его основная научная концепция. Описан метод ХГЭ, рассмотрены его основные принципы и конструкция экспериментальных установок, позволяющих осуществлять рост пленок и объемных кристаллов по методу ХГЭ.

Вторая глава посвящена исследованию механических свойств наномасштабных пленок SiC методом НИ. В рамках второй главы приведены измерения твердости и модуля упругости объемных кристаллов SiC политипа 4H-SiC и Si с ориентациями (001), (011), (111) полученные с помощью метода НИ. В случае НИ пластины SiC политипа 4H-SiC измерения проводились со стороны Si и C-полярных граней. Показано, что полярность поверхности кристалла SiC существенно влияет на характер начального этапа деформации. Приведены измерения деформации гибридных структур нано-SiC/Si(001), нано-SiC/Si(011) и нано-SiC/Si(111) в результате НИ. Для гибридных подложек нано-SiC/Si(001) и нано-SiC/Si(111) экспериментально получены и математически промоделированы зависимости эффективных параметров твердости и модуля упругости от глубины контакта индентора с образцом. Представлен сравнительный анализ деформационных свойств гибридной подложки нано-SiC/Si(011) и исходной пластины Si(011). Показано, что твердость и модуль упругости структуры нано-SiC на Si(011), синтезированной методом согласованного замещения атомов в среднем на 20% меньше соответствующих параметров исходного кристалла Si с ориентацией (011). Приведены исследования условно упругой деформации, которая образуется на начальном этапе вдавливания при НИ гибридных структур SiC/Si(001) и SiC/Si(111). Рассчитаны значения модуля упругости слоев нано-SiC, сформированных внутри кристаллических матриц Si ориентированных вдоль кристаллографических направлений (001) и (111).

В третьей главе диссертации приводятся экспериментальные измерения механических и деформационных характеристик полупроводниковых гетероструктур AlN/SiC/Si, GaN/SiC/Si и GaN/AlN/SiC/Si, выращенных на гибридных подложках SiC/Si методом ХГЭ. Представлен анализ деформации приповерхностной области, происходящей на начальном этапе вдавливания. По данным анализа для гетероструктур AlN/SiC/Si, GaN/SiC/Si и GaN/AlN/SiC/Si опрделены значения модуля упругости вблизи поверхности. Также для всех исследуемых гетероструктур экспериментально получены и теоретически описаны зависимости эффективных параметров твердости и модуля упругости от контактной глубины погружения. Для гетероструктуры GaN/AlN/SiC/Si с помощью атомно-силовой микроскопии и рамановской спектроскопии проведено подробное исследование областей вблизи остаточных отпечатков от НИ. Измерены

характерные размеры отпечатков от НИ и вязкость разрушения слоя GaN, выращенного на гибридной структуре нано-SiC/Si с буферным слоем AlN. Также в рамках третьей главы приводится экспериментальное исследование твердости пленки AlN на нано-SiC/Si и гибридной подложки нано-SiC на Si с помощью метода склерометрии.

Четвертая глава посвящена исследованию структурных и механических свойств эпитаксиальных слоев β -Ga₂O₃, выращенных методом ХГЭ на гибридных структурах нано-SiC/Si, которые синтезировались на подложках Si ориентированных вдоль кристаллографических направлений (100), (110) и (111). В рамках этой главы приведены экспериментальные исследования пленок β -Ga₂O₃, полученные с помощью метода НИ, рамановской спектроскопии, атомно-силовой и электронной сканирующей микроскопии. Представлены подробные данные о структурных характеристиках слоев β -Ga₂O₃, выращенных на гибридных подложках SiC/Si(001), SiC/Si(011) и SiC/Si(111). Определены параметры твердости и модуля упругости в зависимости от кристаллографического направления исходной подложки Si. Приведены данные моделирования механических характеристик кристалла Ga₂O₃ β модификации с помощью методов квантовой механики. По данным моделирования показано, что кристалл β -Ga₂O₃ является ауксетиком. Было проведено сравнение данных, полученных экспериментально методом НИ и теоретически с помощью компьютерного моделирования, и показано их совпадение.

Отметим **главные достижения автора**:

- Предложена аппроксимационная модель, адекватно описывающая деформационные свойства наномасштабных двухслойных пленок, включая жесткие пленки на мягких подложках.
- Показано, что метод наноиндентирования может быть использован для анализа деформационных характеристик пленок толщиной в несколько нанометров.
- Экспериментально определены значения модуля упругости и твердости наномасштабных слоев SiC, сформированных методом согласованного замещения атомов внутри матрицы Si, для трех основных кристаллических плоскостей, а именно для (100), (110) и (111).
- Методом наноиндентирования, в рамках точности данного метода, определены параметры твердости и модуля упругости поверхностных слоев полупроводниковых гетероструктур AlN/SiC/Si, GaN/SiC/Si и GaN/AlN/SiC/Si, выращенных на гибридных подложках SiC/Si.
- Разработана новая методика, позволяющая визуализировать остаточные механические

деформации в прозрачном и полупрозрачном кристалле вокруг отпечатка, сформированного в процессе наноиндентирования.

- Получены уникальные экспериментальные данные о структуре и упругопластических свойствах слоев $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, сформированных на слоях SiC, выращенных на поверхностях Si ориентаций (100), (110) и (111).

Достоверность результатов обуславливается применением хорошо освоенных экспериментальных методик для решения поставленных задач, соблюдением общепринятых стандартов в соответствии, с которыми работают данные методики и согласованием полученных результатов с литературными данными.

По работе имеются замечания:

1. В главе два в разделах 2.1, 2.2 и 2.4 для анализа экспериментальных данных начального сегмента вдавливания используются соотношения Герца (1.7) и (1.10) для наконечника сферической формы, и только в разделе 2.6 предлагается модернизировать эти соотношения для индентора Берковича, который применяется автором в экспериментах по наноиндентированию.
2. В разделах 2.3 и 2.5 в параграфах 2.3.2-2.3.5 и 2.5.3 для анализа экспериментальных зависимостей твердости и универсальной твердости от глубины погружения используются модели (1.23) и (2.1), которые определяются исключительно параметрами пленки и подложки, такими как твердость, модуль упругости, предел текучести и вязкость разрушения. В параграфе 2.5.2 при разработке модели (2.6) для описания деформационных свойств двухслойной пленки на подложке автор использует в качестве базовой функции упрощенную модель (2.3), которая имеет несколько подгоночных параметров. Это с одной стороны упрощает моделирование экспериментальных данных, а с другой стороны не позволяет оценить ряд механических характеристик пленки на подложки.
3. В разделах 2.2, 2.4 и параграфе 2.5.2 для анализа деформационных свойств автор использует параметр микротвердости, а в параграфах 2.3.4 и 3.3.1 параметр универсальной твердости. При этом нигде в тексте диссертации не поясняются причины, по которым для анализа применяются именно эти параметры.

Сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации. Автореферат правильно и достаточно полно отражает содержание диссертации, дает ясное представление о предмете и методах исследования. Основные результаты своевременно

опубликованы в ведущих российских и международных журналах, и в трудах международных конференций.

Считаем, что диссертация А.С. Гращенко «Механические свойства пленок нано-SiC, синтезированных методом замещения атомов на Si и гетероструктур, выращенных на их основе» представляет собой законченное исследование, выполненное на высоком уровне, содержащее существенное продвижение в области механики деформируемого твердого тела.

Диссертация удовлетворяет всем требованиям ВАК России, предъявляемым к кандидатским диссертациям по специальности 1.1.8 (ранее 01.02.04) – механика деформируемого твердого тела, а ее автор, Александр Сергеевич Гращенко, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук.

Отзыв подготовлен доцентом кафедры теории упругости, кандидатом физико-математических наук, доцентом Б.Н.Семеновым.

Отзыв заслушан, обсужден и одобрен на заседании кафедры теории упругости Санкт-Петербургского государственного университета (Протокол №44/8/22-02-4 от 05 мая 2022 г.).

Заведующий кафедрой теории упругости
академик РАН, доктор физико-математических наук, профессор



Н.Ф.Морозов

Сведения о ведущей организации.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет».

Адрес: 199034, Россия, Санкт-Петербург, Университетская набережная, д 7/9.

Тел. +7(812)328-20-00, e-mail: spbu@spbu.ru, Веб-сайт <http://spbu.ru>

ПОДПИСЬ РУКИ
УДОСТОВЕРЯЮ

НАЧАЛЬНИК УПРАВЛЕНИЯ КАДРОВ
МОРОЗОВА С.В.



6