

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.075.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ
МАШИНОВЕДЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК МИНИСТЕРСТВА
НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА
НАУК

аттестационное дело №

решение диссертационного совета от 23.06.2022 г., протокол № 30

О присуждении **Гращенко Александру Сергеевичу**, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Механические свойства пленок нано-SiC, синтезированных методом замещения атомов на Si и гетероструктур, выращенных на их основе» по специальности 1.1.8 (ранее 01.02.04) – «Механика деформируемого твердого тела» принята к защите 19 апреля 2022 года (протокол заседания №10/22) диссертационным советом Д 002.075.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук (ИПМаш РАН) Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 199178, Санкт-Петербург, Большой пр. В.О., д. 61, в соответствии с приказом о создании диссертационного совета № 930/нк от 14 июля 2016 года Министерства образования и науки Российской Федерации.

Соискатель Гращенко Александр Сергеевич, 1987 года рождения. Окончил магистратуру при Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» по специальности «Физика» в 2012 году. С 2012 по 2014 год работал в лаборатории структурных и фазовых превращений в конденсированных средах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук (ИПМаш РАН) Министерства образования и науки Российской Федерации на должности стажер-исследователь. С 2014 года по настоящее время работает в лаборатории структурных и фазовых превращений в

конденсированных средах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук (ИПМаш РАН) Министерства образования и науки Российской Федерации на должности младший научный сотрудник.

Диссертация выполнена в лаборатории структурных и фазовых превращений в конденсированных средах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук (ИПМаш РАН) Министерства образования и науки Российской Федерации.

Научный руководитель:

Заведующий лаборатории структурных и фазовых превращений в конденсированных средах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук (ИПМаш РАН), доктор физико-математических наук, профессор Кукушкин Сергей Арсеньевич.

Официальные оппоненты:

– Лисовенко Дмитрий Сергеевич, доктор физико-математических наук, профессор РАН, заведующий лаборатории механики технологических процессов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского Российской Академии наук (ИПМех РАН),

– Семенов Артем Семенович, кандидат физико-математических наук, доцент Высшей школы «Механика и процессы управления» Физико-механического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург, в своем положительном отзыве, подготовленном Семеновым Борисом Николаевичем, кандидатом физико-математических наук, доцентом кафедры теории упругости математико-механического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, подписанном Морозовым Никитой Федоровичем, академик РАН, доктором физико-математических наук, профессором, заведующем кафедры теории упругости математико-механического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, и утвержденном Микушевым Сергеем Владимировичем, кандидатом физико-математических наук, доцентом, проректором по научной работе, указали, что

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.

Отмечается, 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.

В отзыве ведущей организации заслушанном, обсужденном и одобренном на заседании кафедры теории упругости Санкт-Петербургского государственного университета 05 мая 2022 года, имеются следующие 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.

Соискатель имеет 35 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 12 работ в изданиях из перечня рецензируемых научных журналов ВАК и индексируемых в базе данных Scopus.

Достоверность результатов, представленных в диссертации Гращенко Александра Сергеевича, 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.

Основные результаты автором апробированы в полной мере и соответствуют содержанию диссертации. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах, вида, авторского вклада и объема научных изданий.

Работы, опубликованные автором по теме диссертации

В изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ:

1. Гращенко А. С., Кукушкин С. А., Осипов А. В. Наноиндентирование и деформационные свойства наномасштабных пленок карбида кремния на кремнии //Письма в Журнал технической физики. – 2014. – Т. 40. – №. 24. – С. 53-59;
2. Grashchenko A. S., Kukushkin S. A., Osipov A. V. Microhardness study of two-layer nanostructures by a nanoindentation method //Materials Physics & Mechanics. – 2015. – Т. 24. – №. 1. – С. 35-40;
3. Гузилова Л. И. и др. Исследование эпитаксиальных слоев и монокристаллов β -Ga₂O₃ методом наноиндентирования //Materials Physics and Mechanics. – 2016. – Т. 29. – №. 2. – С. 166;
4. Grashchenko A. S. et al. Nanoindentation of GaN/SiC thin films on silicon substrate //Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 2017. – Т. 102. – С. 151-156;
5. Osipov A. V. et al. Structural and elastoplastic properties of β -Ga₂O₃ films grown on hybrid SiC/Si substrates //Continuum Mechanics and Thermodynamics. – 2018. – Т. 30. – №. 5. – С. 1059-1068;
6. Гращенко А. С. и др. Исследование анизотропных упругопластических свойств пленок β -Ga₂O₃, синтезированных на подложках SiC/Si //Физика твердого тела. – 2018. – Т. 60. – №. 5. – С. 851-856;
7. Кукушкин С. А. и др. Исследование физико-механических характеристик наномасштабных пленок методом наноиндентирования //Известия Российской академии наук. Механика твердого тела. – 2018. – №. 5. – С. 5-14;
8. Редьков А. В. и др. Эволюция ансамбля микропор в структуре SiC/Si в процессе роста методом замещения атомов //Физика твердого тела. – 2019. – Т. 61. – №. 3. – С. 433-440;
9. Гращенко А. С., Кукушкин С. А., Осипов А. В. Исследование упругих свойств пленок SiC, синтезированных на подложках Si методом замещения атомов //Физика твердого тела. – 2019. – Т. 61. – №. 12. – С. 2313-2315;
10. Гращенко А. С., Кукушкин С. А., Осипов А. В. Упругие свойства пленок GaN и AlN, сформированных на пористом основании–гибридной подложке SiC/Si //Известия Российской академии наук. Механика твердого тела. – 2020. – №. 2. – С. 3-9;
11. Осипов А. В. и др. Исследование методом наноиндентирования твердости и модуля Юнга в тонких приповерхностных слоях карбида кремния со стороны Si-и C-граней //Письма в ЖТФ. – 2020. – Т. 46. – №. 15. – С. 36-38;

12. Grashchenko A. S. et al. Nanoindentation of AlN, GaN, and AlGaIn films grown by HVPE on SiC/Si hybrid substrates //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing. – 2021. – Т. 1954. – №. 1. – С. 012009.

На диссертацию и автореферат поступило **6 положительных отзывов** от следующих специалистов:

1. Отзыв заведующего кафедры «Материаловедения и индустрии наносистем» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет», д.ф.-м.н., профессора, академика РАН Ивлева Валентина Михайловича с замечанием:

– Следовало бы сопоставить твердость авторских объектов SiC с известной для пленок, полученных другими способами.

2. Отзыв ведущего профессора Института перспективных систем передачи данных Мегафакультета «Компьютерных технологий и управления» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики», д.ф.-м.н., профессора Романова Алексея Евгеньевича. Отзыв без замечаний.

3. Отзыв заведующего лабораторией «Химии координационных соединений» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова», д.х.н., профессора Кауль Андрея Рафаиловича. Отзыв содержит следующие замечания:

– Недостаточное внимание автор уделил описанию аппаратуры, на которой выполнялись эксперименты по наноиндентированию, в частности, не приводятся сведения о важном параметре радиуса кривизны использованных наноинденторов.

– В числе методов исследования отсутствует рентгеновская дифракция, применение которой могло бы дать более определенные сведения об ориентации (текстуре) кристаллических слоев, а также об их напряженности.

– В тексте автореферата встречаются повторы, более уместная графическая информация в ряде случаев заменена пространными словесными пояснениями, что утяжеляет чтение и понимание физического смысла.

4. Отзыв руководителя отделения «Физики диэлектриков и полупроводников» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук», д.ф.-м.н. Соколова Игоря Александровича. Отзыв без замечаний.

5. Отзыв главного научного сотрудника отдела «Оптоэлектроники и полупроводниковой техники» Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», д.ф.-м.н., профессора Шура Владимира Яковлевича. Отзыв без замечаний.

6. Отзыв заведующего лабораторией «Физики профилированных кристаллов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук», к.ф.-м.н. Николаева Владимира Ивановича с замечанием:

– В автореферате не приводится сравнение слоев AlN, GaN, β -Ga₂O₃, выращенных на композитной подложке нано-SiC/Si, с аналогичными слоями, выращенными на других подложках, прежде всего на сапфире.

Во всех отзывах указывается, что автор заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.1.8 (ранее 01.02.04) – «Механика деформируемого твердого тела».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что оппоненты являются компетентными и авторитетными учеными в области механики деформируемого твердого тела, а ведущая организация является одним из крупнейших научных центров в области теоретической и экспериментальной механики, в которой работают такие авторитетные в данной области ученые, как академик РАН, д.ф.-м.н., профессор Н.Ф. Морозов, член-корреспондент РАН, д.ф.-м.н., профессор Ю.В. Петров, д.т.н., профессор А.И. Разов, д.ф.-м.н., профессор А.Е. Волков, к.ф.-м.н., доцент Б.Н. Семенов и многие другие.

Диссертационный совет отметил, что основные научные результаты, полученные соискателем, заключаются в том, что

1. **Предложена и разработана** новая модель, описывающая деформационные свойства наномасштабных двухслойных пленок, включая жесткие пленки на мягких подложках и, позволяющая с определенной степенью точности оценить толщину пленки, микротвердость пленки и подложки.

2. Впервые экспериментально **определены** параметры твердости и модуля упругости пленок SiC на Si, синтезированных методом согласованного замещения атомов, слоев AlN, GaN и β -Ga₂O₃, выращенных методом хлорид-гидридной эпитаксии на гибридных подложках нано-SiC/Si.

3. Впервые экспериментально **показано**, что метод наноиндентирования может быть применен для измерения механических и деформационных свойств наномасштабных пленок на подложках.

4. **Предложена и разработана** новая методика, позволяющая визуализировать остаточные механические напряжения в прозрачном и

полупрозрачном кристалле вокруг отпечатка, сформированного в процессе наноиндентирования.

5. Впервые **обнаружено**, что кристалл β -Ga₂O₃ является ауксетиком, поскольку при некоторых направлениях растяжения его коэффициент Пуассона принимает отрицательные значения.

Теоретическая и практическая значимость работы заключается:

1. В возможности применения разработанных и экспериментально апробированных методик наноиндентирования для анализа механических свойств широкого класса пленок нанометровых толщин.

2. Впервые получены значения механических модулей таких широкозонных полупроводников как: SiC, AlN, GaN; и β -Ga₂O₃, выращенных на гибридной подложке SiC/Si.

3. В разработанной и экспериментальной проверенной аппроксимационной модели, позволяющей описать деформационные свойства наномасштабных двухслойных пленок, включая жесткие пленки на мягких подложках и, которая позволяет определить не только микротвердость пленки и подложки, но и толщину пленки.

4. Установлено, что разработанные методики могут быть применены для исследования механических свойств наномасштабных покрытий из золота, палладия и других металлов, используемых в различных приложениях не только для микроэлектроники, но и при создании новых защитных покрытий для различного типа деталей механизмов и биологических имплантатов.

5. Впервые экспериментально измерены значения твердости и модуля упругости пленок нового полупроводникового материала β -Ga₂O₃, сформированных на нано-SiC на Si.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что в ходе исследования использовались хорошо освоенные экспериментальные методики с соблюдением общепринятых стандартов в соответствии, с которыми работают данные методики и согласованием полученных результатов с литературными данными.

Личный вклад соискателя состоит в:

- непосредственном участии в выборе направления исследования, обсуждения результатов и формулировке задач;
- получении всех основных экспериментальных результатов лично автором;
- самостоятельном синтезе пленок SiC на подложках Si с кристаллической ориентацией (001), (011) и (111) и подготовке образцов для экспериментальных измерений;

- самостоятельном исследовании образцов на наноинденторе, атомно-силовом микроскопе и оптическом профилометре;
- непосредственном участии в разработке аппроксимационной модели описания деформационных свойств жестких наномасштабных двухслойных пленок на мягких подложках;
- непосредственном участии в разработке метода визуализации остаточной деформации вокруг отпечатка от наноиндентирования;
- непосредственном участии в формировании пленок GaN, AlN и Ga₂O₃ на подложках SiC/Si методом хлорид-гидридной эпитаксии;
- непосредственном участии в подготовке всех публикаций по представленной работе и апробации результатов исследования на основных всероссийских и международных конференциях.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

- При наноиндентировании в окрестности индентора реализуется многоосное напряженное состояние. Поэтому на значение эффективного упругого модуля монокристаллических образцов, измеряемого в направлении действия нагрузки, будут оказывать влияние упругие модули пленки и подложки в направлениях ортогональных действию нагрузки, а также остаточные напряжения, возникающие при нанесении пленки на подложку.
- Автор утверждает, что «в реальной ситуации однородных пленок толщиной порядка 100 нм и менее практически не существует, так как на границе раздела пленка-подложка образуются различные буферные или переходные слои, толщина которых, как правило, составляет десятки нанометров». В связи с этим возникает вопрос интерпретации полученных значений упругих модулей для подобного гетерогенного материала.
- На изображении «распределение механических напряжений», не указано, какая именно компонента или эквивалентная мера тензора напряжений имеется в виду.

Соискатель Гращенко А.С. согласился с замечаниями, ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы, привел собственную аргументацию и указал, что в процессе наноиндентирования регистрируется общая реакция системы и поэтому для описания механических свойств исследуемых структур пленка-подложка строились экспериментальные зависимости приведенного модуля упругости от глубины индентирования. Зависимости параметров твердости и модуля упругости от глубины индентирования характеризуются, тем что при глубине индентирования стремящейся к нулю регистрируется сигнал исключительно только от пленки. Цветовая шкала на изображении «распределение механических напряжений» соответствует сумме квадратов диагональных элементов тензора упругих деформаций. Эта величина была

выбрана для визуальной демонстрации на картинке, поскольку она достаточно хорошо показывает, какие области подвергнуты хоть какой-то нагрузке, а в каких – упругих напряжений нет. Цветовая шкала меняется от темно-красной, т.е. от нулевых упругих напряжений, при которых между атомами сохраняются равновесные расстояния, до белой – где есть значительные упругие напряжения обоих знаков и отклонения межатомных расстояний от равновесия.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация Гращенко Александра Сергеевича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным «Положением о присуждении ученых степеней», утвержденным Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842.

На заседании 23 июня 2022 г. диссертационный совет принял решение за разработку новой модели, позволяющей описать деформационные свойства жестких наномасштабных двухслойных пленок на мягких подложках, за измерение механических и деформационных характеристик новых полупроводниковых материалов, а именно гибридных структур нано-SiC на Si , синтезированных оригинальным методом согласованного замещения атомов, гетероструктур AlN/SiC/Si , GaN/SiC/Si , GaN/AlN/SiC/Si , $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{/SiC/Si}$, сформированных методом ХГЭ на гибридных подложках нано-SiC/Si и разработку новой методики визуализации остаточной деформации в прозрачном и полупрозрачном кристалле вокруг отпечатка от вдавливания, присудить Гращенко Александру Сергеевичу ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 6 докторов наук по специальности защищаемой диссертации, участвовавших в заседании, из 20 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за присуждение ученой степени – 15, против присуждения ученой степени – 0, недействительных бюллетеней – 0.

Председатель
диссертационного совета Д 002.075.01,
чл.-корр. РАН, д.ф.-м.н., профессор



Индейцев
Дмитрий Анатольевич

Врио ученого секретаря
диссертационного совета Д 002.075.01,
д.т.н., доцент

Седакова
Елена Борисовна

23.06.2022 г.