

ОТЗЫВ
официального оппонента Гейдта Павла Викторовича
на диссертацию Малина Тимура Валерьевича на тему «Эпитаксиальные слои GaN на
кремниевых подложках для AlGaN/GaN гетероструктур с высокой подвижностью
электронов»
по специальности 1.3.11 – «Физика полупроводников»
на соискание учёной степени кандидата технических наук

Актуальность избранной темы и проработанность темы исследования

Нитрид галлия (GaN) используется в приборах оптоэлектроники, в частности, при создании оборудования, отвечающего за генерацию, передачу и хранение сигналов. В различных приборах оптоэлектроники, в лазерах и фотовольтаических модулях космических аппаратов, для производства радиоэлектронных компонентов спутниковых систем, для быстрых зарядных устройств бытовых приборов широкого потребления, для СВЧ-транзисторов и других приборов электроники применяются кристаллы и тонкие плёнки GaN. Транзисторы с высокой подвижностью электронов на основе нитрида галлия (ТВПЭ, НЕМТ) перспективны для электроники, потому что они сочетают высокие удельные мощности и высокие рабочие частоты, при этом, такая комбинация труднодостижима при использовании других полупроводниковых материалов. Стоит отметить, что у GaN имеются и существенные технологические недостатки, например, довольно высокий положительный температурный коэффициент электрического сопротивления, который приводит к неравномерному распределению тока между параллельно включёнными СВЧ-транзисторами. Тем не менее, рост GaN плёнок остаётся востребованным, и актуально звучит задача о подборе оптимальных параметров роста газофазными методами синтеза в области нанотехнологий. Для эпитаксии нитридов AlPbV полупроводников нужен точно контролируемый неравновесный метод роста, например, молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ) из газового источника, а также высокореакционные азотсодержащие прекурсоры: аммиак, гидразин или же азот, активированный плазмой. Несмотря на более, чем 30-летнюю историю научных работ мирового сообщества газофазных методов синтеза в направлении изучения начальных стадий роста нитридных кристаллов в МЛЭ и несмотря на попытки установить механизм начальной стадии роста кристалла GaN на Si и сапфире, а также попытки установить способы достижения низкой дефектности кристаллов GaN, позволяющие поддерживать низкие токи утечки для транзисторов на GaN, в настоящий момент нет единого мнения и строгой теории, подтверждённой на практике, объясняющей и предсказывающей бездефектный рост GaN на подложках Si, поэтому выбранное соискателем направление исследований и тема работы соискателя Т.В.Малина являются актуальными.

Значительный практический интерес представляет исследование роста кристаллов нитридов при высоких температурах. Рост пленок AlN методами MOCVD и МЛЭ при температурах подложки свыше 1000 °C продемонстрировал, что при столь высоких температурах могут быть получены тонкие слои с высоким кристаллическим совершенством и с гладкой поверхностью. Известно, что методы, основанные на применении металлоорганического сырья (как МОГФЭ) сложнореализуемы из-за крайней дороговизны прекурсоров и их экологической и токсической опасности (триметилгаллий).

Другие известные методы синтеза, такие как атомно-слоевое осаждение (ACO=ALD), гидридная газофазная эпитаксия (HVPE) и различные виды магнетронного распыления (MPC) – также имеют свои преимущества и недостатки, но не проработаны в прикладной степени из-за известных недостатков, например, малой воспроизводимости при росте GaN методом MPC. При этом, считается, что аммонотермический метод выращивания слоёв GaN обеспечивает стабильный и сбалансированный рост и высокое качество кристаллических плёнок, но скорость роста GaN этим методом слишком мала для крупномасштабного коммерческого производства кристаллов (bottom-up технология) на крупных подложках. С другой стороны, этот метод идеально подходит для производства тонких плёнок высочайшего качества, то есть, для изготовления низкодефектных слоёв, на которых в дальнейшем можно выращивать другие структуры (например, транзисторы). В рамках данной диссертации рассматривался именно метод аммиачной МЛЭ, и изучался и применялся он именно для выращивания тонких плёнок, в которых требуется низкая дефектность, а в идеальном случае – абсолютная бездефектность всего слоя нитрида полупроводника толщиной от сотен нанометров до нескольких микрометров. Примечательно, что соискателем в ходе почти 15-летнего опыта работ в этой области деятельности был набран впечатляющий массив результатов и получен ценнейший опыт работы с вакуумной техникой, с чистыми материалами, с приборами регистрации параметров в вакуумной ростовой камере, методов пробоподготовки и методов характеризации наноматериалов и полупроводниковых структур. Также им разработаны и внедрены узлы, улучшившие сложное технологическое оборудование исследовательского класса в сфере роста плёнок, и реализован уникальный опыт в области аммиачного МЛЭ для производства плёнок нитридов, в частности, успешно применён для роста низкодефектного GaN. Все эти изыскания привели к тому, что соискателем сформированы принципы роста бездефектного GaN, крайне востребованного для применений в транзисторах НЕМТ.

Таким образом, можно заключить, что поиск детальных настроек и установление диапазона возможных условий синтеза, а также детализация механизмов роста – являются чрезвычайно актуальной задачей в настоящий момент, и решения соответствующих задач по данной теме диссертационного исследования Т.В.Малина востребованы предприятиями и исследователями в сфере современной отечественной микроэлектроники.

Новизна полученных результатов и их значимость

В первую очередь, соискателю удалось разработать технологию формирования низкоразмерных гетероструктур методом аммиачной МЛЭ, детально изучить режим роста бездефектного GaN и проверить свои предположения о влиянии условий роста на модельных объектах, пронаблюдать общие закономерности, сформулировать свои гипотезы и аргументы в научных публикациях в рецензируемых изданиях и в тексте диссертации, и таким образом ясно и детально сообщить научному сообществу о своих достижениях по данной тематике, а также применить теоретические наработки, практические результаты и готовые образцы на практике в РФ.

Во-вторых, я бы отметил оригинальный достоверный метод точного контроля температуры роста плёнок, основанный на пиromетрическом измерении спектров свечения

нагретых подложек из различных материалов, улучшающий способ оценки температур термопарой и стандартным измерением спектра одноцветным встроенным пиromетром через измерение изменения интенсивности.

Также отмечу, что сапфир использовался как более подробно описанный в литературе и потому удобный для сравнения материал подложки сравнения при нитридизации, и вместе с тем как более устойчивая структура при нагреве слоя поверхности, при этом, различные режимы нитридизации и остаточные механические напряжения от подложки и от интерфейса «подложка – нитризованный слой сверх неё» не повлияли на морфологию GaN, выращиваемого на представленных в диссертации подложках. Этот интересный аспект вынесен в положение №3, которое не кажется очевидным, и кажется также новым и практически значимым результатом.

К замечаниям стоит отнести следующее:

1. Из текста диссертации неясно какова площадь островков, и как удельная площадь покрываемой ими поверхности изменяется с учётом уменьшения количества островков при «низкотемпературной» нитридизации (то есть $\sim 700^{\circ}\text{C}$, согласно тексту диссертации).

2. Следовало бы указать формулу для расчёта рассогласования решётки GaN и Si в формуле при указании о 18% рассогласования в Главе 1.

3. Из формулировки выводов относительно влияния температуры на рельеф поверхности, не указано для какой площади поверхности указана оценка в 5 нм среднеквадратичной шероховатости, и RMS (root-mean square roughness) не введено и не расшифровано ранее в тексте автореферата. Стоит отметить, что шероховатость согласно ГОСТ 25142-82 следует описывать в привязке к установленной «базовой линии» и «длине оценки». При измерениях шероховатости зондовым профилометром следует применять специально разработанный ГОСТ 19300-86, где для АСМ-изображений следует считать, что длина оценка и базовой линии эквивалентны размеру области сканирования. Обоснованием необходимости указания длины базовой линии и параметров сканирования на АСМ является то, что для разных размеров областей сканирования, разных радиусов закругления острия зонда и разных сил нажима зондом на поверхность – будут получаться разные значения шероховатости, различающиеся не пренебрежимо малым образом, а вплоть до нескольких порядков значения величины шероховатости.

4. Касаемо оценки морфологии (на самом деле, речь о «структуре поверхности») также следует отметить, что если производилась оценка лишь по одному сканированному участку, то этого недостаточно для адекватной характеризации поверхности. С учётом особенностей рельефа в виде наличия атомарно-гладких поверхностей в промежуточных режимах, островков, точечных объектов, наклонных островков и т.д., можно было бы произвести численную оценку спектральной плотности мощности шероховатости вдоль быстрой оси сканирования X (PSD-x) на всём диапазоне размеров объектов в пределах размера области сканирования. Оценочное визуальное сравнение морфологий, сравнение шкал Z и учёт лишь одного численного значения величины шероховатости (RMS) может оказаться недостаточным для корректного сравнения рельефа областей. Математический же аппарат для обработки данных, уже имеющихся в результате съёмки АСМ, мог бы более

полно охарактеризовать особенности рельефа, через зависимость встречаемости неровностей (частоты) от их размера (объёма). Следовало бы более ясно описать сколько сканов делалось для анализа численных параметров шероховатости, и почему выбран именно параметр оценки через настраиваемую (задаваемую для изображения) шкалу высот по оси Z и RMS, но не производилась оценка высоконформативных кривых PSD-х.

5. В тексте используется широко распространённая в специальной технической литературе по пневматике и вакуумным системам размерность для потока газа «норм.см³/мин», но в диссертационной работе по физике следует придерживаться размерности международной системы СИ в м³/с, со стандартной формой записи чисел в десятеричной системе с разрядами и степенями.

6. В литературном обзоре кажется не представленным в должной мере сравнение полученных результатов с результатами других коллективов, занимающиеся аммиачной МЛЭ и технологиями роста GaN на различных подложках в РФ. Отсутствие ссылок на работы других отечественных исследователей МЛЭ для роста нитридов наблюдается также в списке использованной литературы.

7. Хотя в целом утверждение о достоверности результатов, указанное соискателем, корректно, но в формулировке «достоверности» результатов скорее описано обоснование для «воспроизводимости». Но ведь воспроизводимым может быть и недостоверный результат. Это, например, могло привести к некорректной оценке оптимальной температуры роста плёнок или некорректной оценке значения потока газов в реакционной камере. К примеру, можно обнаружить, что другой диссертант (к настоящему времени уже кандидат наук) указывал в своей диссертации иную температуру в качестве оптимальной, хотя и указывал температуру с неустановленной погрешностью. Достоверность качественных и количественных оценок в положениях, выносимых на защиту чрезвычайно важна. Более того, соискатель указывает в диссертации о том, что датчик температуры, предустановленный в камере (термопара), отображал недостоверные показания и понимает смысловое определение и важность критерия достоверности. Тем не менее, в формулировке достоверности соискателем указано про «согласие экспериментальных результатов с теоретическими расчётами», что является «аналитическим методом подтверждения достоверности результатов». Также указанная соискателем в разделе про личный вклад автора прикладная внедрённость результатов и описанных технологий на практике – также является критерием достоверности результатов, хотя это и не указано в параграфе про достоверность. В этой связи, обоснование достоверности имеется в диссертации, хотя и оно слагается мозаично, то есть, основано частями в разных разделах диссертации, а не собрано во Введении.

8. В автореферате в главе 3 описано исследование границы зародышевого слоя AlN и Si, но указано что исследование условий роста "выполнялось на подложках сапфира", при этом далее описываются результаты для слоёв GaN на подложке из кремния. Это может вызвать путаницу у читателя. На стр.11 имеет место утверждение, что ростовые условия не зависят от исходной подложки, а далее по тексту в параграфах и подписях к рисункам с демонстрацией результатов, подтверждающих утверждение про отсутствие роли подложки указана только подложка из кремния, и к концу главы возникает вопрос о том насколько переносимы результаты роста GaN на нитридированной подложке сапфира на рост GaN на нитридированном Si, т.к. рис. 1 относится к подложке из сапфира, но не указан состав

подложки в подписи к этому рисунку, а рисунки 2–4 относятся к подложке из кремния, и всё это помещено в описание единого раздела 3. В положениях и задачах сапфир не упомянут вовсе.

Диссертация и автореферат содержат **опечатки**, но затруднительно, да и нет необходимости привести их все, т.к. они имеют технический характер и не ухудшают существенным образом понятность цели, способа эксперимента и описанных результатов, так что укажем лишь на некоторые ошибки и упущения касаемо качества оформления текста:

1. Формулировка цели работы различается в двух местах в автореферате (на стр. 4 и на стр. 9), причём формулировка цели работы в тексте диссертации (на стр. №5) равна формулировке на стр. 9 автореферата. Формулировки отличаются лишь на одно слово: на стр. 4 автореферата указано, что методика аммиачной МЛЭ для GaN разрабатывается для «гетероструктур», а на стр. 9 указано, что она разрабатывается для «транзисторов». Также замечу, что нумерация задач в диссертации пропускает номер 3 (очерёдность: 1,2,4,5), вероятно, ввиду уточнения формулировки цели работы ближе к концу деятельности, которое и привело к сбоям в нумерации при оформлении текста диссертации и автореферата. Тем не менее, цель и задачи сформулированы, на мой взгляд, понятно и достаточно проверяемо их достижение при описании результатов и выводов, а также перечень задач позволяет достичь обозначенной в диссертации цели работы и по своему уровню сложности соответствует уровню кандидатской диссертации.

2. Лишняя запятая на стр. 4 автореферата "приведены экспериментальные доказательства, образования аморфной фазы". Точка с запятой вместо точки на стр. 104 диссертации в разделе Заключение.

3. В автореферате на стр. 11 и стр. 12 перепутаны номера рисунков, а именно, на стр. 11 указан рис. 2г-ж хотя текстовое описание относится к рисунку 1, а также на стр. 12 указано "на рисунке 3", хотя должно быть "на рисунке 2".

4. В автореферате МВЕ на стр. 4 указано в задачах, но не введено в предшествующем разделе актуальности и не расшифровано в русскоязычной записи МЛЭ.

Нельзя не отметить, что представленные в диссертации и автореферате результаты, их значимость, достоверность, личный вклад автора в их достижение, качество текста диссертации, уровень публикаций, на которые опирается соискатель, и все остальные наработки соискателя по теме диссертации, а также иные публикации по смежным с темой диссертации работам соискателя в области газофазного роста плёнок, не оставляют у меня сомнений в том, что представленная к защите диссертация демонстрирует высокий научный квалификационный уровень автора и имеет понятный стиль изложения, поэтому высока вероятность, что указанные в диссертации результаты и выводы окажутся востребованными в области науки и практики при оптимизации роста нитридов в эпитаксиальных установках в Российской Федерации и в других странах.

В заключение сообщу, что несмотря на указанные замечания, диссертационная работа является законченной, полноценной, значимой и пояснения ко многим вышеуказанным замечаниям к диссертации могут быть обнаружены в полных текстах

опубликованных автором публикаций. В этой связи, я уверен, что соискатель Т.В.Малин и его диссертация заслуживают высочайшей оценки. Диссертационная работа соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, а именно критериям пунктов 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842 (ред. от 25.01.2024), а ее автор Малин Тимур Валерьевич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.11 – «Физика полупроводников».

Заведующий лабораторией функциональной диагностики
низкоразмерных структур для наноэлектроники
Аналитического и технологического исследовательского
центра Физического факультета НГУ, к.ф.-м.н.

Официальный оппонент

П.В. Гейдт

31 марта 2025 года

Рабочий телефон: +7 383 3634425

Email: p.geydt@nsu.ru

Адрес организации: Россия, 630090, Новосибирская область, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2; Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет» (НГУ)

Поступил в архив 01.04.2025 Марк
Ознакомлен 01.04.2025 Марк