

**ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
(ЗАО «НИИ МВ»)**

Россия, 124460, Москва, Зеленоград, проезд № 4806, дом 4, строение 2

ИНН 7735001490 / КПП 773501001

Телефон/факс: 8-499-731-14-76

Е-mail: info@niimv.ru

20 ноября 2014 г. № _____

На № _____

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ЗАО «НИИ Материаловедения»

Сомов А. В.

11 2014 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Закрытого акционерного общества «Научно-исследовательский институт Материаловедения» на диссертационную работу Сухановой Екатерины Андреевны «Низкочастотная вибрационная активация расплавов в процессе выращивания кристаллов химических соединений методами направленной кристаллизации», представленную на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

1. Актуальность темы диссертации и ее значимость для экономики Российской Федерации

В современном мире получение многих монокристаллов происходит с применением различных методов роста из расплава. Из расплава получают

наиболее крупные монокристаллы, в частности таких материалов, как кремний, германий, соединения группы A_2B_6 и A_3B_5 , лейкосапфир, различные типы оптических и лазерных материалов. В этой связи вопрос о соотношении условий роста с качеством получаемых образцов особенно важен. Влияние конвективного теплообмена в расплаве на структурное совершенство и распределение примесей в растущем кристалле является важным предметом исследования и обуславливает большое количество работ по модернизации существующих методов направленной кристаллизации из расплава. Приложение постоянных и переменных тепловых, акустических и магнитных полей к расплаву, а так же вращение и вибрация ростового тигля или помещенного в расплав химически инертного тела позволяют в ряде случаев интенсифицировать и упорядочить тепломассоперенос, что может положительно сказаться на качестве конечного кристалла. В зависимости от используемого метода и его модификации, контроль за образующимися в жидкой фазе потоками и управление ими не всегда возможны в полной мере, что ограничивает универсальность метода по отношению как к материалу расплава, так и к форме и геометрии ростового тигля. Среди всех возможных методов введение вибраций в расплав позволяет наиболее эффективно управлять конвективными потоками в расплаве. Большинство исследований о связи воздействия с качеством получаемых кристаллов рассматривают тепломассоперенос в расплаве как основной фактор, определяющий структурное совершенство растущего кристалла. При этом переход от макро характеристик расплава, как жидкой фазы, к микро строению кристалла как твердой фазы, часто упускается из рассмотрения процесс фазового перехода расплав – кристалл. В представленной диссертационной работе автор провел детальный анализ крайне актуальной проблемы – возможно ли изменять структуру расплава путем внешнего воздействия на него и как эти изменения могут повлиять на качество выращиваемых кристаллов. Используя целый ряд взаимодополняющих современных методов анализа структуры и

термохимических характеристик конденсированных фаз диссертант дал целый ряд ответов по данной актуальной проблеме.

2. Достоверность и обоснованность результатов диссертационного исследования

Применение комплекса взаимодополняющих и различных по своей физической природе методов позволяют говорить об обоснованности полученных результатов, а воспроизводимость полученных данных и их статистическая обработка – об их достоверности. В работе приведены данные спектроскопических – РФА и КРС – методов исследования, а так же рентгенофлуоресцентного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии, масспектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Все приводимые автором результаты были получены на современном оборудовании высокого уровня. Кроме прочего, диссертация содержит результаты численного моделирования, позволяющие получить дополнительную информацию о тепломассопереносе в исследуемом объеме расплава и оценить его влияния на полученные результаты и сделанные выводы.

Приводимые диссертантом данные были представлены на ведущих научных международных конференциях в области роста кристаллов: European Conference on Crystal Growth ECCG4 (Glasgow. UK.17-20 June 2012), 17th International Conference on Crystal Growth and Epitaxy (August 11-15, 2013, Warsaw, Poland), E-MRS Spring meeting (June 25-29, 2014, Lille, France). Кроме того, результаты, изложенные в диссертации, были опубликованы в таких высокорейтинговых журналах по теме диссертации как Journal of Crystal Growth и CrystEngComm.

3. Новизна научных положений, выводов и рекомендаций диссертации

Автором впервые показано, что вибрации с низкой частотой погруженного в жидкость тела (химически инертного диска) приводит не только к изменению тепломассопереноса в объеме расплава, но и к изменению структуры самого

расплава, что проявляется в изменении формы и смещении координат максимумов пиков интенсивности на спектрах комбинационного рассеяния света (КРС). Автором были рассмотрены изменения в спектрах КРС нескольких химических соединений, относящихся как к органическим, так и к неорганическим веществам. Оценка наблюдаемых спектральных изменений проведена как относительно продолжительности и интенсивности вибрационного воздействия, так и относительно температуры расплава. Однако автор не ограничился рассмотрением одного лишь жидкого состояния, но также исследовал и кристаллические образцы – монокристаллы нитрата натрия, – выращенные в конфигурации Чохральского как с применением АНВ воздействия на расплав, так и без него (традиционный метод Чохральского). В результате была показана разница в температуре плавления образцов, - около 5°C , - и величине теплового эффекта плавления около 3 %. Все проводимые исследования представлены не только данными физического эксперимента, но и результатами численного моделирования, с помощью которого были даны рекомендации к росту реальных монокристаллов нитрата натрия с повышенным структурным совершенством.

4. Практическое значение результатов работы

В ходе проведенной работы была создана численная модель, отражающая тепломассоперенос в конденсированных фазах при росте кристаллов по методу Чохральского. Модель успешно верифицирована с использованием сопоставления данных численного и физического эксперимента на водно-глицериновой смеси. С использованием вышеупомянутой численной модели были рассчитаны режимы, которые в реальном ростовом процессе позволили осуществить контроль за формой фронта кристаллизации от выгнутого до вогнутого, включая плоскую форму фронта.

В ходе проведения экспериментальных исследований влияния АНВ на структуру расплава была сконструирована экспериментальная ячейка, позволяющая поддерживать изотермичность рабочего объема расплава в

пределах $\pm 1^\circ\text{C}$ с возможностью ввода в расплав вибрирующего диска. Была создана и отработана методика съемки КРС спектра расплава, в том числе и при введении вибраций, в диапазоне температур от комнатной до 370°C .

5. Общая характеристика работы

Диссертация содержит введение, 4 главы, результаты и выводы, и приложения. Работа включает 61 рисунок, 15 таблиц, 191 литературную ссылку и изложена на 137 листах.

Во введении автором обоснована актуальность, новизна и практическая значимость работы, надежность и достоверность полученных результатов. Описаны цели работы, объекты и методы исследования, личный вклад автора. Приведены данные по апробации работы и по соответствию содержания работы паспорту специальности 05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

В первой главе диссертантом достаточно полно рассмотрены существующие воззрения на структуру жидкой фазы, включая как общее теоретическое описание жидкости, так и способы и методы исследования её структуры. Приведены возможные варианты воздействия на расплав, используемые при росте кристаллов из расплава. Выполнен анализ различных способов совершенствования методов направленной кристаллизации при выращивании кристаллов. Достаточно хорошо описана особенность метода введения в расплав осциллирующего, химически инертного тела, по сравнению с другими методами воздействия на расплав. Рассматривается возможность его влияния на структуру расплава. По результатам первой главы автором обосновывается предмет исследования, а так же возможность применения тех или иных методов анализа структуры жидкой фазы.

Во второй главе автор приводит результаты численного моделирования процессов тепло- и массопереноса в расплаве под действием аксиальных низкочастотных вибраций погруженного в расплав диска. В достаточном

объеме описана применяющаяся математическая модель. Приведены результаты верификации численной модели по физическому эксперименту, а так же результаты применения численного моделирования к процессу роста кристаллов нитрата натрия по методу Чохральского. Приведены результаты численного моделирования тепломассопереноса при воздействии на расплав аксиальных НЧ вибраций в условиях кристаллизации. Изучено влияние параметров АНВ воздействия на форму фронта кристаллизации.

В третьей главе автор приводит результаты исследования об изменении структуры расплава под действием низкочастотного вибрационного воздействия. Детально описана конструкция разработанной установки для съемки КРС спектров расплава, а так же методика проведения эксперимента. Развивающиеся в исследуемой жидкой фазе потоки исследованы методами численного моделирования. Полученные автором зависимости между степенью структурных изменений в расплаве температурой, временем и интенсивностью вибрационного воздействия, выполненные для ряда различных по своей природе веществ, позволяет говорить о фундаментальном значении полученных результатов.

В четвертой главе приведены данные о структурном совершенстве и термодинамических свойствах расплава и кристаллических образцов нитрата натрия, выращенных с применением АНВ воздействия на расплав и без него. Сравнение тепловых эффектов плавления, а так же разница в температуре начала плавления и формах кривых интенсивности рентгеновской дифракции позволяют увидеть и сопоставить влияние вибрационной и термогравитационной конвекции на структурное совершенство получаемых кристаллов.

Выводы, приводимые автором в последней главе, позволяют связать воедино результаты проведенных исследований. Объяснение полученных закономерностей приводится в логически завершенном виде с привлечением

дополнительных экспериментальных данных рентгено-флуоресцентного анализа.

6. Основные замечание по работе

Замечания по рецензируемой работе можно сформулировать следующим образом:

- Автору полезно было бы провести универсализацию данных численного моделирования для различных геометрических параметров ростовой системы, в частности, ввода критерия Рейнольдса для характеристики вибрационных потоков.
- Как часть исследования следовало бы привести данные о влиянии параметров вибрирующего тела на эффективность вибрационного воздействия и характер вибрационных потоков.
- В экспериментальной части уместно было бы разместить более подробные данные об обратимости структурных изменений в расплаве при различных температурах и интенсивностях АНВ воздействия.

Указанные недостатки не снижают общего положительного мнения о диссертационной работе Сухановой Е.А.

7. Заключение о соответствии диссертационной работы требованиям Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.13 г. № 842 (далее – Положение)

Диссертационная работа выполнена на высоком научном уровне, обладает несомненной актуальностью, а полученные результаты новизной и достоверностью. Сделанные в работе выводы и сформулированные защищаемые положения адекватно отражают новизну полученных результатов. Сами же результаты сопоставимы с результатами других работ, проводимых в этой области, и были доложены на ведущих международных конференциях по росту кристаллов, а так же опубликованы в ведущих зарубежных журналах. Число публикаций автора соответствует критериям п. 13 раздела II Положе-

ния (см. раздел 2 отзыва). Автореферат и опубликованные работы в полной мере отражают содержание диссертации.

Представленную автором диссертационную работу в соответствии с п. 9 Положения можно квалифицировать как научно-квалификационную работу, в которой на основании выполненных автором исследований изложены новые научно-обоснованные технические и технологические решения, имеющие существенное значение для развития конкурентной технологической базы в России в области выращивания структурно совершенных кристаллов. Полученные результаты несомненно будут востребованы в организациях холдинга ОАО «Росэлектроника», ОАО «Гиредмет», ЗАО «НИИ МВ».

Диссертационная работа Сухановой Е.А. «Низкочастотная вибрационная активация расплавов в процессе выращивания кристаллов химических соединений методами направленной кристаллизации» по формуле и области исследования соответствует специальности 05.27.06 – «Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники».

В части формулы специальности: п. 1. Разработана методика построения и верификации численной модели процесса тепломассопереноса в конденсированных фазах при выращивании кристаллов методами направленной кристаллизации расплавов, в том числе при их активации аксиальными низкочастотными вибрациями;

В части формулы специальности: п.4. Разработаны аппаратура и методика исследования структурных характеристик расплавов методом комбинационного рассеяния света вблизи температуры кристаллизации при активации расплава аксиальными низкочастотными вибрациями;

В части формулы специальности: п.5. Экспериментально установлены закономерности изменения структурных характеристик расплавов сложного химического состава под воздействием температуры и конвективных вибрационных потоков вблизи температуры кристаллизации и показана их

взаимосвязь со структурным совершенством кристаллов, выращиваемых методами направленной кристаллизации расплавов.

Перечисленные области исследования соответствуют пунктам 1, 4 и 5 специальности 05.27.06 «Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники».

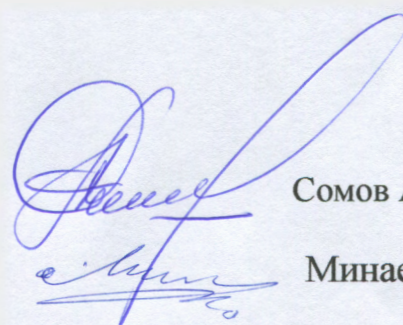
Считаем, что диссертационная работа Сухановой Екатерины Андреевны на тему «Низкочастотная вибрационная активация расплавов в процессе выращивания кристаллов химических соединений методами направленной кристаллизации», представленная на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 – технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники, по своему объёму и содержанию в полной мере соответствует всем требованиям пункта 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.13 г. № 842, ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор – Суханова Екатерина Андреевна, несомненно, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 — технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

Диссертация рассмотрена, доклад заслушан, отзыв обсуждён и единогласно одобрен на научно-техническом совете Открытого акционерного общества «Научно-исследовательского института материаловедения» 20 ноября 2014 г., протокол № 135

Председатель НТС

Генеральный директор

Ученый секретарь НТС д.х.н., проф.



Сомов А.В.

Минаев В.С.