### ОТЗЫВ

## Официального оппонента

на диссертационную работу Ермоченкова Ивана Максимовича «Выращивание кристаллов диэлектриков из водных растворов при низкочастотном вибрационном воздействии на жидкую фазу», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

Актуальность Монокристаллы являются неотъемлемой частью полупроводниковой промышленности. Методы выращивания кристаллов из растворов являются крайне перспективными с точки зрения снижения себестоимости производства, однако главным недостатком, присущим этим методам, является низкая скорость роста, необходимые для получения высококачественной продукции. С учетом того, что в последние несколько десятилетий стоимость электронных компонентов неуклонно снижается, вопрос поиска методов интенсификации процессов выращивания кристаллов стоит крайне остро. В связи с этим актуальность диссертационной работы Ермоченкова Ивана Максимовича не вызывает сомнений.

**Целью** работы явилось исследование эффективности использования техники аксиальных низкочастотных вибраций для процессов выращивания кристаллов из водных растворов.

Успешное решение поставленной цели работы заключалось в разработке и конструировании установки; проведении физического моделирования, в результате которого были определены оптимальные параметры вибрационного воздействия и геометрия осциллирующих тел; изучение структурных и оптических характеристик кристаллов было выполнено общепринятыми методами.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

Автором было установлено, что при АНВ активации жидкой фазы при выращивании кристаллов молибдата лития происходит аномальное увеличение растворимости. При выращивании кристаллов  $Li_2MoO_4$  и  $K_2Co(SO_4)_2 \times H_2O$  показано, что применение техники АНВ приводит к увеличению весовой скорости роста

кристаллов, а также улучшению спектральных и структурных характеристик по сравнению с кристаллами, выращенными в условиях естественной конвекции и перемешивания раствора роторной мешалкой.

# Практическая значимость диссертационной работы заключалась в следующем:

Изготовлена установка для физического моделирования и выращивания кристаллов из растворов с возможностью введения аксиальных низкочастотных вибраций в жидкую фазу.

Разработана методика повышения примесной чистоты  $K_2SO_4$  методами перекристаллизации из водных растворов с различными модификациями. Итоговое содержание основного вещества составило 99,99 мас.%. При этом удалось значительно уменьшить содержание ионов  $Na^+$ .

# Общая характеристика диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, обзора литературы, методической части, экспериментальной части, включающей 2 раздела, обсуждения результатов, итогов работы и списка цитируемых источников. Общий объем диссертационной работы составляет 113 страниц, включая 87 рисунков, 14 таблицу и библиографию, содержащую 67 наименований.

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель диссертационной работы и приведены задачи, которые были решены в ходе работы. Полностью отражена научная новизна и практическая значимость работы. Обоснована надежность и достоверность полученных результатов, а также личный вклад автора в диссертационную работу. Приведено соответствие содержания диссертации паспорту специальности.

Глава 1 является литературным обзором. Первый раздел посвящен рассмотрению различных способов воздействия на массоперенос, затронуты вопросы особенностей методов выращивания кристаллов из растворов. Второй раздел посвящен обзору применения вибраций в процессах выращивания кристаллов. Затронуты теоретические аспекты и различные практические реализации. В третьем разделе автор обосновывает выбор объектов исследования, приводит известные характеристики для кристаллов Li<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> и K<sub>2</sub>Co(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>×H<sub>2</sub>O и их водных растворов. Четвёртый раздел посвящен выводам из обзора литературы.

В главе 2 автор детально описывает оборудование, на котором выполнялась работа, и приводит особенности методов анализа выращенных кристаллов.

Описана методика измерения вязкости растворов  $K_2Co(SO_4)_2$ , а также методика подготовки насыщенных растворов. Показано, что кристаллы  $Li_2MoO_4$  выращивались

методами контролируемого отбора растворителя, а кристаллы  $K_2Co(SO_4)_2 \times H_2O$  методом постепенного снижения температуры.

Описана методика анализа примесного состава кристаллов, методов исследования оптических характеристик кристаллов — исследование спектров пропускания в видимой и ИК- областях, спектров комбинационного рассеяния. Методика исследования поверхности выращенных кристаллов сканирующей электронной микроскопией, методика исследования дефектной структуры выращенных кристаллов методом «ямок травления». Описана методика очистки К2SO4 методами перекристаллизации из водных растворов при испарении растворителя и постепенном охлаждении с контролируемым показателем рН, с добавлением ряда комплексообразователей и сорбцией на окисленных углях.

В главе 3 автор приводит результаты физического моделирования процессов массопереноса в жидкой фазе при введении АНВ в модельный раствор. Определены характеристики массопереноса при использовании плоского цилиндрического диска, диска с П-образной образующей, кольца и комбинированного тела «диск+кольцо». Установлены оптимальные параметры вибрационного воздействия, обеспечивающие эффективный массо-перенос во всех областях ростового объема.

В главе 4 демонстрируются результаты исследования растворимости молибдата лития при АНВ активации жидкой фазы. Приведены результаты выращивания кристаллов  $Li_2MoO_4$  и  $K_2Co(SO_4)_2 \times H_2O$ , измерение из структурных и оптических характеристик. Автор показывает. что как в случае  $Li_2MoO_4$ , так и в случае  $K_2Co(SO_4)_2 \times H_2O$ , применение техники АНВ позволило повысить весовую скорость выращивания кристаллов как в сравнении с кристаллами выращенными в условиях естественной конвекции, так и в условиях перемешивания раствора роторной мешалкой.

**В главе 5** автор проводит обобщение результатов проделанной работы. Диссертант проводит анализ влияния различных видов создания массопереноса на массовые скорости роста кристаллов  $Li_2MoO_4$  и  $K_2Co(SO_4)_2 \times H_2O$  при различных скоростях испарения растворителя и снижения температуры, соответственно, отмечает повышение оптического и структурного качества.

## Основные замечания и вопросы по работе

1. Качество кристаллов сульфата калия кобальта гексагидрата, получаемых в ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» выше, чем у кристаллов, полученных в диссертационной работе. При этом автор говорит о повышении структурного качества кристаллов при использовании техники АНВ в процессе выращивания.

- 2. Для объективной оценки достоверности данных требуется более детальное описание методики измерения растворимости молибдата лития.
- 3. В работе разработана методика, позволяющая снизить содержания ионов натрия в препаратах сульфата калия до  $2\times10^{-4}$  мас.%, однако общая химическая чистота повышена незначительно. Достаточно ли химической чистоты сульфата калия в 99,99 мас.% для получения высококачественных кристаллов?

Вышеперечисленные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации, поскольку сделанная работа является законченным научным исследованием.

Заключение о соответствии диссертационной работы требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.13 г. № 842 (далее — Положение), с учетом соответствия формуле специальности 05.27.06 — «Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники»

Диссертация Ермоченкова Ивана Максимовича «Выращивание кристаллов диэлектриков из водных растворов при низкочастотном вибрационном воздействии на жидкую фазу» представляет собой завершенную научно-квалификационную работу на актуальную тему. Диссертационная работа выполнена на высоком научном уровне и в соответствии с п. 9 раздела II Положения и в ней изложены новые научно-обоснованные технологические решения, имеющие существенное значение для развития страны, а именно научно-обоснованного метода повышения производительности методов выращивания кристаллов из водных растворов для широкого ряда применений.

Результаты работы Ермоченкова И.М. рекомендуется использовать в следующих организациях Российской Федерации:

- 1. Повышение эффективности производства монокристаллов на базе ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
- 2. Постановка технологии выращивания монокристаллов в промышленных масштабах на базе ЗАО Научно-технический центр "Реагент".

Диссертационная работа обладает внутренним единством, логично построена, содержит новые научные результаты и положения, ее структура и содержание соответствует заявленным целям исследования. Достоверность полученных результатов и положений подтверждена большим объемом выполненных исследований с использованием современных методов, а также применением при обработке и интерпретации полученных данных подходов, принятых в современной мировой научной практике. Основные научные результаты диссертации прошли апробацию и были представлены на российских и международных конференциях.

Число публикаций автора соответствует критериям п. 13 раздела II Положения. Автореферат и опубликованные работы в полной мере отражают содержание диссертации.

Таким образом, по своей актуальности, научной новизне и практической значимости, а также личному вкладу автора представленная диссертационная работа «Выращивание кристаллов диэлектриков из водных растворов при низкочастотном вибрационном воздействии на жидкую фазу» полностью отвечает требованиям раздела II Положения, а по формуле и области исследования соответствует специальности 05.27.06 – Технология и оборудование ДЛЯ производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники, охватывающей проблемы создания новых и совершенствования существующих технологий для изготовления и производства материалов электронной техники: полупроводников. диэлектриков, включающая проблемы и задачи, связанные с разработкой научных основ, физико-технологических и физико-химических принципов создания указанных материалов, научные и технические исследования и разработки в области технологии. моделирования, измерения характеристик указанных материалов и технологических сред, в диссертационной работе:

- В соответствии с областью исследований п.1. «Разработка и исследование физико-технологических и физико-химических принципов создания новых и совершенствования традиционных материалов и приборов электронной техники, включая полупроводники, диэлектрики, металлы, технологические среды и приборы микроэлектроники и функциональной электроники.» автором разработаны аппаратура и методика выращивания кристаллов из водных растворов с применением техники аксиальных низкочастотных вибраций;
- В соответствии с областью исследований п.4. «Разработка и исследование физико-технологических и физико-химических моделей новых материалов и приборов по п.1, технологических процессов их изготовления, а также моделей проектирования соответствующего технологического оборудования» диссертантом экспериментально исследованы характеристики массопереноса при различных амплитудно-частотных характеристиках вибрационного воздействия и геометрии осциллирующего тела;
- В соответствии с областью исследований п.5. «Физико-химические исследования технологических процессов получения новых и совершенствования существующих материалов электронной техники» автором экспериментально установлены закономерности изменения оптических и структурно-чувствительных характеристик кристаллов, выращенных в условиях естественной и вынужденной

#### конвекции:

Считаю, что по актуальности, научной новизне и личному вкладу автора диссертационная работа на тему «Выращивание кристаллов диэлектриков из водных растворов при низкочастотном вибрационном воздействии на жидкую фазу», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 — «Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники» полностью соответствует требованиям пункта 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» в редакции, утвержденной Постановлением Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013 г., предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Ермоченков Иван Максимович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.27.06 — Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники.

Официальный оппонент,
Старший научный сотрудник
Федерального государственного
автономного образовательного
учреждения высшего образования
«Уральский федеральный университет по образования имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина», д.т.н.

А. С. Корсаков

/С.В. Жукова

4.08.2019

ведущий документовед

Подпись Корсакова Александра Сергеевича удостоверяю

Почтовый адрес:

Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 28, X-414

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Химико-технологический институт, кафедра физической и коллоидной химии

E-mail a.s.korsakov@urfu.ru

Телефон +7 (343) 375-47-13