

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертацію Лукієнко Олега Олександровича «ДЕФЕКТНА СТРУКТУРА ЛЕЙКОСАПФІРУ, ВИРОЩЕНОГО МЕТОДОМ ГОРИЗОНТАЛЬНОЇ СПРЯМОВАНОЇ КРИСТАЛІЗАЦІЇ, ЯКА УТВОРЮЄТЬСЯ ПРИ ЗБІЛЬШЕННІ РОЗМІРІВ КРИСТАЛА»

представлену на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук
за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство

Актуальність теми дисертації

Кристали сапфіра широко застосовуються в різних галузях науки та техніки. Одне із застосувань сапфіру пов'язано з виробництвом світлодіодів. Кристали сапфіра в орієнтації (0001) використовуються в якості підкладок для нанесення напівпровідникових структур. До них висуваються досить жорсткі вимоги: орієнтація поверхні повинна співпадати з площиною (0001) з точністю до $0,5^\circ$, густина дислокацій не повинна перевищувати 10^4 см^{-2} . Підкладки не повинні містити мікротріщини, газові включення, мати блочну структуру.

Метод горизонтально-спрямованої кристалізації (ГСК) добре зарекомендував себе, як метод отримання кристалів сапфіру великої площини. Розроблена в Інституті монокристалів НАН України технологія вирощування кристалів з розміром прямокутної частини $200 \times 200 \times 30$ мм показала свою рентабельність, а отримані зразки сапфіру повністю відповідали вимогам до підкладок. Але, останнім часом, зі зростанням попиту на підкладки, виробники зацікавленні у збільшенні розмірів останніх, що в свою чергу пов'язано зі зниженням собівартості кінцевого продукту.

Однак, перехід на технологію вирощування кристалів сапфіру з більшим розміром зіткнувся з проблемою утворення в об'ємі кристала областей з великим значенням внутрішніх напружень, які хаотично розподілені та не усувались високотемпературним відпалом. Це суттєво знизило вихід кінцевого продукту. Очевидно, що зі зміною розмірів кристалів, зазнали змін і теплові умови на фронті кристалізації, що в свою чергу вплинуло на збільшення внутрішніх напружень та формування дефектної структури в об'ємі кристала. Тому, актуальність роботи обумовлена необхідністю ідентифікації дефектної структури в лейкосапфірі з розміром прямокутної частини до $300 \times 230 \times 30 \text{ мм}^3$ для вдосконалення умов його вирощування та наступного використання в якості підкладок світлодіодів.

Мета роботи – встановлення дефектної структури в об'ємі лейкосапфіру великої площини, вирощеного методом горизонтальної спрямованої кристалізації, яка утворюється при переході з розміру $200 \times 200 \times 30$ мм на $300 \times 230 \times 30$ мм.

Практичне значення результатів роботи заключається в тому, що результати, отримані в роботі описують дефектну структуру, яка утворилась при збільшенні розмірів кристалу, були використані фахівцями-технологами для удосконалення теплових вузлів. Отримані залежності інтегральної потужності відбиття рентгенівських променів від густини дислокацій для

різних кристалографічних площин дозволяють робити оцінку густини дислокацій не руйнуючи кристал.

Загальна оцінка роботи

Дисертація Лукієко О.О. є завершеною науковою працею, яка містить нові обґрунтовані результати комплексних досліджень, викладених в 5 розділах на 113 сторінках.

У **вступі** показана актуальність теми, зв'язок з науковими темами та програмами. Висвітлена наукова новизна та практичне значення отриманих результатів, наведені відомості щодо апробації результатів та особистий внесок автора.

Перший розділ дисертації містить загальну інформацію про кристалічну будову лейкосапфіру, опис областей застосування та методів вирощування лейкосапфіру. Наведена розгорнута інформація про метод ГСК та висвітленні переваги даного метода, як одного із найбільш перспективних методів вирощування великогабаритних кристалів сапфіру, який використовується у якості підкладок для виготовлення світлодіодів. Приведені вимоги, які висуваються до кристалів як матеріалу для виготовлення підкладок.

В другому розділі дисертації приведені методика та апаратура, які були використані в роботі. Наведені данні та особливості, характерні для вирощування кристалів сапфіру методом ГСК з розміром прямокутної частини $300 \times 230 \times 30$ мм. Приведено опис апаратури та методики рентгеноструктурних досліджень. Показано відмінності між геометріями зйомки кристалів. Приведена інформація про метод хімічного травлення для дослідження густини дислокацій, поляризаційно-оптичний метод, як метод дослідження внутрішніх напружень в об'ємі кристалів. Розглянуто метод атомно-силової мікроскопії, який використовувався для дослідження шорсткості поверхні, що є однією з вимог до підкладок. Детально розглянута методика видалення пошкодженого поверхневого шару хіміко-механічним поліруванням, який утворюється при механічній обробці зразків.

В третьому розділі дисертації надано інформацію про природу структурних неоднорідностей в лейкосапфірі вирощеного методом ГСК, яка утворюється при переході з розміру прямокутної частини $200 \times 200 \times 30$ мм на $300 \times 230 \times 30$ мм.

Перші експерименти по вирощуванню лейкосапфіру з розміром прямокутної частини $300 \times 230 \times 30$ мм показали, що вирощені кристали містили у своєму об'ємі області з великим рівнем внутрішніх напружень. Це призводило до суттєвого зниження корисного об'єму кристала, оскільки робило неможливим нанесення на такі області кристала напівпровідникових структур. Тому, однією із задач вирішуваних в роботі є встановлення причин утворення таких областей. Поляризаційно-оптичні дослідження вирощених кристалів показали існування областей з підвищеним рівнем внутрішніх напружень. З цих

областей можна виділити деформацію поляризаційно-оптичної картини (розмиття) та деформацію зі смугастою структурою

В результатів ідентифікації структурних дефектів, які призводять до утворення таких областей, було встановлено що причиною розмиття поляризаційно-оптичної картини є малокутові дислокаційні границі крутіння, розорієнтовані в межах 5-50 кутових секунд. А причиною смугастої структури – наявність структурно неоднорідних областей перерізом ~ 1 мм і довжиною до декількох сантиметрів, які складаються з блоків розорієнтованих від 1 до 5 градусів.

Четвертій розділ присвячено дослідженню розподілу дислокацій методами рентгенівської дифракції та хімічного травлення в об'ємі лейкосапфіру, вирощеного методом ГСК, розміром до $300 \times 230 \times 30$ мм.

Дані про густину дислокацій для різних серій зразків, отримані методом рентгенівської дифракції, співпадають з даними, отриманими методом хімічного травлення.

Встановлено, що мінімальна густина дислокацій в кристалах сапфіру, яку можна визначити цим методом, становить 10^2 см⁻². Різні кристалографічні площини в кристалах лейкосапфіру характеризуються різною щільністю дислокацій. Мінімальне значення щільності дислокацій спостерігалось для площини (0001), максимальне – для (10 $\bar{1}2$). Отримані залежності густини дислокацій для різних кристалографічних напрямків кристалів сапфіру, вирощених методом ГСК, з розміром прямокутної частини $300 \times 230 \times 30$ мм³ корелюють з залежностями, які отримані для кристалів сапфіру, вирощених іншими методами та менших розмірів.

У п'ятому розділі наведені дані про ефект аномально низького поглинання рентгенівських променів (ефект Бормана) в лейкосапфірі, який був вирощений методом ГСК, та його застосування для описання структурних неоднорідностей. Це дозволило оцінити досконалість структури кристалів сапфіру як поверхні, так і по об'єму зразків.

Серед найбільш **вагомих та нових** результатів роботи Лукієнко О.О. слід відзначити такі:

1. Встановлено, що в лейкосапфірі великої площини з розміром до $300 \times 230 \times 30$ мм, вирощеному методом ГСК, утворюються області з величинами внутрішніх напружень 4 МПа та більше. Вони випадково розподілені в об'ємі кристала і обумовлені малокутовими дислокаційними границями крутіння (в межах 5-50 кутових секунд).
2. У вирощених кристалах виявлена наявність блоків з кутами розорієнтації від 1 до 5 градусів. Це призводить до формування структурно неоднорідних областей перерізом ~ 1 мм² і довжиною до декількох сантиметрів.
3. На підставі дослідження зразків, вирізаних із різних частин лейкосапфіру розміром до $300 \times 230 \times 30$ мм, отримані залежності інтегральної потужності відбиття рентгенівських променів від густини дислокацій для

кристалографічних площин (0001) , $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}0)$, $(10\bar{1}2)$ та показано, що зразки орієнтації (0001) повністю відповідають вимогам до підкладок світлодіодів.

- Показано, що в лейкосапфірі, вирощеному методом ГСК, розміром до $300 \times 230 \times 30$ мм спостерігається аномальне проходження (ефект Бормана) рентгенівських променів, що свідчить про високу структурну досконалість вирощених кристалів.

Ступінь обґрунтованості та достовірність наукових положень і висновків дисертації

Основні результати дисертаційної роботи повністю опубліковані у фахових періодичних виданнях, були представлені на спеціалізованих конференціях. При проведенні досліджень були використані апробовані сучасні методи та методики. Обробку і аналіз експериментальних даних здійснено з використанням сучасних уявлень про дефекти кристалічної решітки сапфіру, що добре узгоджується з відомими літературними даними. Таким чином, **обґрунтованість** та **достовірність** одержаних наукових результатів та сформульованих висновків дисертації на їх основі не викликає сумнівів.

Апробація роботи відбулася на спеціалізованих конференціях. Публікації автора (5 статей у періодичних фахових наукових виданнях, 9 тез доповідей) повністю відображають результати роботи. Автореферат дисертації відповідає її змісту та містить основні наукові результати.

Зауваження

- В роботі не приділено достатньо уваги порівнянню дефектної структури лейкосапфіру з розмірами прямокутної частини $200 \times 200 \times 30$ мм³ та $300 \times 230 \times 30$ мм.
- На деяких фотографіях (рис. 2.1, рис. 3.4, рис. 3.5, рис. 4.3) відсутні масштабні мітки, що утруднює їх інтерпретацію.
- На графіках рис. 4.1, рис. 4.9, рис. 5.3, рис. 5.4 відсутні дані про величину похибки вимірювання наведених фізичних величин.

Однак, ці зауваження не знижують позитивну оцінку дисертації та її науково-практичної цінності. Таким чином, дисертація «Дефектна структура лейкосапфіру, вирощеного методом горизонтальної спрямованої кристалізації, яка утворюється при збільшенні розмірів кристала» є завершеною науковою працею, яку виконано на високому науковому рівні з використанням сучасних методів дослідження, повністю відповідає вимогам до дисертацій на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук, зокрема вимогам п. 9, 11, 12 «Порядку присудження наукових ступенів» затвердженого Постановою

Кабінету Міністрів України № 567 від 24 липня 2013 р., а її автор Лукієнко Олег Олександрович заслуговує присудження йому вченого ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю – 05.02. 01 – матеріалознавство.

Офіційний опонент,
професор кафедри фізики
Національного технічного університету
«Харківський політехнічний інститут» МОН України
Доктор фізико-математичних наук, професор

Олександр БАГМУТ

Підпис доктора фізико-математичних наук,
професора Багмута О.Г. засвідчую:
вчений секретар

Національного технічного університету
«Харківський політехнічний інститут»,
професор

Олександр ЗАКОВОРОТНИЙ

