

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФТТ РАН

член-корреспондент РАН,

д.ф.-м.н. А.А. Левченко



Семинев

2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки
«Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской
академии наук» (ИФТТ РАН)

на диссертационную работу **Маликова Ильи Валентиновича**

«Эпитаксиальные пленки тугоплавких, ферромагнитных и половинных
металлов: получение, свойства и структуры на их основе», представленную
на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по
специальности 2.2.2 – электронная компонентная база микро- и
наноэлектроники, квантовых устройств.

Механизмы формирования эпитаксиальных структур на поверхности определяют процессы роста, формирования структурных и морфологических особенностей поверхностей, границ раздела и наноразмерных структур. С развитием нанотехнологий и методов анализа поверхностей и границ раздела на атомном уровне все большее внимание уделяется инженерии создания наноструктур. В частности, прогресс в миниатюризации устройств микро- и оптоэлектроники обусловлен возможностями создания высококачественных

границ раздела тонких пленок полупроводников, диэлектриков и металлов. Однако с уменьшением размеров функциональных элементов в современных полупроводниковых технологиях возрастает роль поверхностей и границ раздела, являющихся стоками и источниками дефектов кристаллической решетки поверхности и приповерхностных слоев. Диссертационная работа Маликова И. В. посвящена исследованию механизмов образования эпитаксиальных металлических наноструктур на поверхности, а также их влияния на формирование различных нано- и микроструктур на поверхности. Подобные исследования представляют большой интерес для развития науки и современных технологий для микроэлектроники. Диссертационная работа Маликова И. В. является актуальной и востребованной как с научной, так и с практической точки зрения.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 358 страниц, в том числе 168 рисунков, 8 таблиц и 412 литературных ссылок. По материалам диссертации опубликовано 37 статей в реферируемых журналах, 1 глава в монографии. Получен патент. Материалы диссертационной работы представлялись более чем на 30 российских и международных научных конференциях.

Во **Введении** обоснована актуальность темы диссертационной, сформулированы цель и задачи работы, определены научная новизна, описывается научное и практическое значение работы, а также приводятся положения, выносимые на защиту, и сведения, подтверждающие достоверность положений и выводов диссертации. Приведены сведения об апробации работы и количестве публикаций по теме работы. Приведен список публикаций автора по теме диссертационной работы. Дан краткий обзор структуры и объема диссертационной работы.

В **первой главе** дан краткий обзор особенностей эпитаксиального роста, обращено внимание на особенности осаждения методом ИЛО и на рост островковых пленок. Рассмотрены размерные эффекты проводимости тонких пленок, проводимость двухслойных пленок и баллистический транспорт, в том числе баллистические ферромагнитные наноконтакты. Рассмотрены понятия анизотропного и туннельного магнитосопротивления. Дан краткий обзор публикаций по исследованию особенностей эпитаксиального роста и электронной проводимости пленок тугоплавких (Mo, Nb, W), ферромагнитных (Ni, Fe) металлов. Рассмотрено понятие половинных металлов и приведен краткий обзор по получению их эпитаксиальных пленок (Fe_3O_4 , полные сплавы Гейслера). Введены основные понятия для диодных структур металл-диэлектрик-металл как детектор и ИК и видимого излучения (с NiO в качестве диэлектрика)

Во **второй главе** описаны методики выращивания методом импульсного лазерного осаждения в сверхвысоком вакууме эпитаксиальных тонких одинарных и гетероэпитаксиальных металлических пленок тугоплавких, ферромагнитных и половинных металлов, включая реактивное осаждение в атмосфере кислорода, а также изготовления наноструктур на основе этих пленок. Рассмотрено использование метода АСМ литографии проводящим кантилевером для создания масок на поверхности пленок Nb с последующим электрохимическим травлением, позволяющий АСМ литографии расширить возможности для получения структур из пленок металлов большей толщины по сравнению с традиционной АСМ литографией. Кратко рассмотрены используемые методы исследования пленок.

В **третьей главе** приведены результаты по исследованию основных ростовых закономерностей для получения на подложках из

монокристаллического сапфира Al_2O_3 (-1012) методом импульсного лазерного осаждения эпитаксиальных тонких пленок тугоплавких металлов Mo и Nb, имеющих максимально большие длины пробега электронов, а также по исследованию структуры их объема и поверхности. Рассмотрено влияние как строения поверхности пленок на их проводимость, так и внутренней границы раздела (в двухслойных пленках) и толщины промежуточного слоя (в трехслойных пленках) на продольную проводимость гетероэпитаксиальных пленок Mo и Nb, имеющих максимально большие длины свободного пробега электронов. Рассмотрена проводимость баллистических металлических наноструктур на основе высококачественных пленок тугоплавких металлов Mo и Nb, а также температурные эффекты при баллистическом переносе электронов в многотерминальных эпитаксиальных вольфрамовых наноструктурах на подложках MgO/GaAs (001).

В четвертой главе приведены результаты по исследованию основных ростовых закономерностей для получения эпитаксиальных тонких пленок ферромагнитных металлов Ni и Fe методом импульсного лазерного осаждения на подложках из монокристаллического сапфира A- и R-ориентации, имеющих максимально большие длины пробега электронов, исследованию структуры их объема и поверхности. Показана связь морфологии, магнитополевых и электронно-транспортных характеристик для эпитаксиальных пленок Fe. Рассмотрены особенности получения островковых пленок Fe с максимальным размером зерен и влияние на них факторов неравновесности. Показано наличие как гигантского магниторезистивного эффекта в баллистических наноструктурах из Ni, так и обменного сдвига в плёночных структурах NiO/Ni . Рассмотрены туннельные структуры $\text{Ni}/\text{NiO}/\text{Fe}$, а также перемагничивание микроструктур под действием спин-поляризованного тока.

В пятой главе приведены результаты по исследованию основных ростовых закономерностей для получения эпитаксиальных тонких пленок металлов Fe_3O_4 методом импульсного лазерного осаждения на подложках из монокристаллического сапфира С- и R- ориентации, определено плато устойчивого роста. Для сплавов Гейслера Co_2FeSi , Co_2FeAl , Fe_2CoAl , Co_3Si и Co_2NiSi на подложках из монокристаллического сапфира А- и R- ориентации также приведены результаты по исследованию особенностей их роста. Рассмотрено влияние условий роста на магнитосопротивление таких пленок. Показаны условия достижения инверсного магнитосопротивления и в плоскости пленок одноосной магнитной анизотропии.

В заключении сформулированы основные выводы диссертационной работы.

Научная новизна результатов диссертационной работы не вызывает сомнений, и определяется современными экспериментальными методами и подходами. Следует особо отметить, что при анализе экспериментальных данных автором были проведены анализ имеющихся литературных данных и теоретические расчеты, позволившие получить количественные характеристики процессов на поверхности и в объеме тонкопленочных структур.

Достоверность представленных результатов подтверждается высоким уровнем выполненных экспериментальных исследований с использованием современных методов диагностики поверхности, а также сопоставлением экспериментальных данных с результатами теоретических расчетов и имеющимися литературными данными. *Научная значимость* диссертационной работы подтверждается публикациями в престижных рецензируемых научных журналах и представлением результатов работы на

многочисленных национальных и международных конференциях в виде устных и приглашённых докладов.

Практическая значимость полученных результатов заключается в развитии методов создания металлических наноструктур, которые могут иметь практическое применение в полупроводниковых технологиях, что подтверждается патентом, соавтором которых является диссертант.

Вместе с тем, по диссертационной работе можно сделать следующие *замечания и комментарии*.

1. На стр. 122-124 утверждается, что по данным РД пленки обладают совершенной структурой с ШПВ пиков несколько десятых градуса и для определения параметров решеток пленок, выполнен РД анализ симметричного (002) и несимметричного (011) пиков в индивидуальных пленках. Выполнены также азимутальные φ -сканы пиков (011) и (101), 123 и измерена ширина пиков на полувысоте (ШПВ), для индивидуальных пленок, с целью определить ориентацию пленок и оценить их качество. Как симметричные, так и не симметричные рефлексы существенно уширены. Так, например, «Кривая качания для $W(200)$ обычно составляла $0,5^\circ$, а ширина пика $W(220)$ при сканировании обычно составляла $0,7^\circ$ ». Расчетные значения ширины кривой качания для рефлекса (110) в рамках динамической теории рассеяния рентгеновских лучей находятся в пределах $1'$. Уширение рефлексов следовало было использовать для определения концентрации дефектов в объеме пленки и последующего разделения вкладов рассеяния электронов на поверхности от объемного рассеяния электронов проводимости.

2. Эксперимент и его интерпретация по наблюдению фокусировки электронов (стр. 180 и далее) строго говоря, некорректны по следующим

причинам. Фокусировка электронов поперечным магнитным полем проявляется в зависимостях $V(H)$ в виде пиков напряжения, положения которых зависят от - кристаллографической ориентации линии контактов коллектор-эмиттер (в диссертации не указаны), - направления магнитного поля (при изменении направления магнитного поля на противоположное меняется тип носителей тока фокусируемых на коллекторе, вместо электронов происходит фокусировка дырок и наоборот), - геометрии поверхности Ферми (интерпретацию дисперсии электронов и поверхности Ферми W и Mo нельзя рассматривать в приближении свободных электронов).

3. На странице 193-194 указано - «При выращивании пленок никеля толщиной 170 нм на А-плоскости сапфира эффективная остаточная ДСП электронов ($Leff$) в пленках Ni возрастает с увеличением температуры роста пленок от комнатной до приблизительно 270 °С (Рисунок 4.1). Максимум значений (более 600 нм) достигается при температуре роста пленки 270 °С. При дальнейшем увеличении температуры роста до 750 °С происходит уменьшение $Leff$, свидетельствующее о возрастании плотности дефектов, но пленки остаются всегда электропроводящими. При дальнейшем увеличении температуры роста до 750 °С происходит уменьшение $Leff$, свидетельствующее о возрастании плотности дефектов, но пленки остаются всегда электропроводящими. Для пленок никеля толщиной 170 нм на А-плоскости сапфира, выращенных при температурах 150-600 °С, удельное сопротивление при комнатной температуре составляет 7,6-7,8 мкОм×см, что близко к удельному сопротивлению объемного материала [110] и отличается от объемного значения менее чем на 10 % и может быть связано с точностью определения геометрических размеров». А на стр.196 – «Очевидно, структура высокотемпературных пленок становится более совершенной по мере увеличения их толщины и, таким образом, $Leff$ становится больше» Подобное

поведение дефектности пленок следовало бы объяснить более аргументировано.

4. В структуре диссертации присутствуют данные, которые в исследованиях не использовались и носящие скорее демонстрационный характер,- например описание экспериментов по атомно-силовой литографии (стр. 116). И наоборот, результаты оже-электронной спектроскопии, упоминаемые в экспериментах с пленками Nb и Mo (стр.122) не представлены графической информацией, хотя известно, что, например, характер окисления пленок Mo и Nb различается. Следует отметить, что оже-анализ проводился, по-видимому, *ex-situ*, что осложняет анализ.

5. На стр.297-298 указывается –« На поверхности пленки было видно небольшое количество капель-мишеней. Они не влияли на средний состав. Однако наличие капель позволяло сравнить стехиометрический состав мишени и точность переноса и сохранения состава мишени в пленке. Можно видеть, что для пленок CFA при низких температурах 20 °C и 270 °C состав мишени 297 достаточно хорошо соответствует составу пленки» . В диссертации следовало бы привести фотографии подобных пленок, поскольку для эпитаксиальных пленок транспорт может существенно зависеть от наличия капельных артефактов.

6. На стр.297-298 «Для пленки CFS, выращенной на стеклянной подложке, были выполнены РД исследования, показавшие, что пленка является одноосно текстурированной перпендикулярно подложке, поскольку на θ -2 θ скане пленки видна единственная ориентация, проявляющаяся в виде пиков (022) и (044) CFS со структурой L21 (Рисунок 5.25a)». Следовало бы высказать предположение о механизме текстурирования в подобной пленке на аморфной подложке.

7. Диссертация не свободна от стилистических и смысловых недочетов,- например:

«температура образца контролировалась с относительной точностью более 0.5%» (стр.103)?.

На рисунке 3.14 – а) АСМ изображение края пленки Мо толщиной ~6 нм (а) - нет изображения края пленки.

Автором неоднократно используется термин половинный металл. Представляется, что термин полуметаллический ферромагнетик или спиновый полуметалл был бы более корректным.

Сделанные замечания не влияют на общую высокую положительную оценку работы и не снижают ценность полученных результатов. Диссертационная работа Маликова И. В. является законченным научным исследованием. Содержание диссертационной работы соответствует указанной специальности. Автореферат полно и правильно отражает основные результаты и выводы работы и соответствует содержанию диссертации.

Диссертационная работа «Эпитаксиальные пленки тугоплавких, ферромагнитных и половинных металлов: получение, свойства и структуры на их основе» соответствует требованиям Положения о присуждении ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства РФ №842 от 24.09.2013 г., а ее автор Маликов Илья Валентинович заслуживает присуждения ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 2.2.2 – «электронная компонентная база микро- и нанoeлектроники, квантовых устройств».

Отзыв на диссертационную работу подготовлен по итогам обсуждения доклада Маликова Ильи Валентиновича на семинаре “Физика дефектов” Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт

физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук»
13 сентября 2024 года. Отзыв рассмотрен и одобрен на заседании Ученого
Совета ИФТТ РАН (Протокол № 16 от « 16 » сентября 2024 г.).

Отзыв составил:

Ионов Андрей Михайлович, ведущий научный сотрудник Лаборатории спектроскопии поверхности полупроводников Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук» (ИФТТ РАН), доктор физико-математических наук (контактные данные: тел. +7 (496) 522-29-22; электронная почта: ionov@issp.ac.ru).

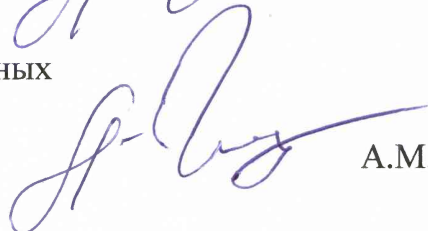
«__14__»сентября_ 2024г.



А.М. Ионов

Согласен на обработку персональных данных

«_14_»сентября__ 2024г.



А.М. Ионов

Подпись Ионова А.М. заверяю:

Ученый секретарь ИФТТ РАН,
к. ф.-м.н.



А.Н. Терещенко

Научный руководитель ИФТТ РАН
Руководитель Семинара « Физика дефектов»
академик РАН



В.В. Кведер

Сведения о ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук» (ИФТТ РАН)

Почтовый адрес: ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432, Россия

Контактные телефоны: +7 496 52 21982; +7 906 095 4402

Электронная почта: adm@issp.ac.ru , сайт: <http://www.issp.ac.ru>