

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Хашафа Адел Хамуд Дерхем «Структура и свойства сверхпроводящих пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, полученных магнетронным распылением», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа Хашафа Адел Хамуд Дерхем посвящена получению и исследованию особенностей формирования структуры и свойств высокотемпературных сверхпроводящих (ВТСП) пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. ВТСП были открыты, казалось бы, недавно, в то же время проблеме получения этих материалов и установлению природы ВТСП посвящено уже огромное количество оригинальной литературы и ряд больших обзоров. Исторически, резкое увеличение количества исследований по ВТСП пришлось на период открытия металлооксидных керамик с высокой критической температурой, которые оказались неожиданностью и противоречило теоретическим предсказаниям. Наиболее интересными из них и самыми востребованными на практике оказались материалы на основе $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Однако, сильная анизотропия токонесущих свойств пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ приводящая, в частности, к сильной зависимости критического тока от магнитного поля, ставит определенные ограничения для применения их в таких устройствах, как соленоиды с высоким магнитным полем, магниторезонансные томографы, электрогенераторы и др. Улучшение свойств пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ и проводов на их основе при сохранении высокой производительности, поиск и разработка новых подходов для повышения токонесущей способности слоев на основе $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ является одним из приоритетных направлений в развитии технологий получения и использования ВТСП материалов. В связи с этим, выбранная тема диссертационной работы представляется актуальной как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения.

Диссертация изложена на 136 страницах машинописного текста, состоит из введения, четырех глав, заключения и приложений, содержит 49 рисунков. Список используемой литературы включает 88 наименований.

Во введении обосновывается актуальность выбранной темы, сформулированы цель, решаемые задачи и защищаемые положения, указаны новизна, практическая ценность и личный вклад автора, приведены сведения об апробации результатов работы и публикациях.

Первая глава является обзором литературных источников, в котором отражены основные направления коммерческого применения ВТСП-пленок в электронике, энергетике и других отраслях; приведен обзор химических и физических методов осаждения пленок с указанием преимуществ и недостатков. Описаны особенности механизмов формирования сверхпроводящих пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ с перовскитной структурой на различных подложках. Отмечены особенности и достоинства метода магнетронного распыления. Поскольку основными характеристиками качества ВТСП-пленок являются такие параметры как: критическая температура, плотность критического тока, наличие центров пиннинга, то этим вопросамделено особое внимание. Подробно описаны технологические режимы и конфигурация мишеней, обеспечивающие заданные параметры.

Вторая глава посвящена методике эксперимента. В ней приведено описание экспериментальной установки и обоснование выбранных технологических режимов при распылении керамических мишеней $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ собственного изготовления. Приводятся оценки скорости роста пленок при всех токах разряда и модификациях мишеней и обсуждается возможность получения сверхпроводящих пленок со сравнительно высокими скоростями.

Третья глава посвящена результатам исследования структуры и свойств мишеней, использованных для получения пленок методом магнетронного распылению. Установлены фазовый состав и индекс кислородной стехиометрии для всех типов мишеней: полученной по обычной технологии; полученной по обычной технологии с добавкой 20% нанопорошка; плотной наноструктурированной керамики по хорошо отработанной технологии. Здесь интересен тот факт, что плотность мишеней, содержащих при повышении содержания нанопорошка возрастает - $4,5 \text{ g/cm}^3$, $5,6 \text{ g/cm}^3$ и 6 g/cm^3 , а их прочность при этом уменьшается. Показано, что расхождения количеств - 89%, 90% и 87% сверхпроводящей фазы соответственно для трех типов мишеней лежат в пределах погрешности определения этих параметров. кислородная стехиометрии (6,9) этих фаз близкой к 7. В результате анализа дифрактограммы исследования морфологии установлено, что зерна наноструктурированной керамики микронных размеров состоят из наноразмерных кристаллитов со средним размером более 50 nm. Демонстрируется, что у всех полученных керамических мишеней на основе $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, как правило, наблюдаются высокое содержания кислорода и металлический характер проводимости с более, или менее резким спадом до нуля электросопротивления при

соответствующих значениях T_c , различающихся между собой не более, чем на 3 градуса.

Такая подготовка мишеней позволила соискателю снизить число неконтролируемых технологических параметров распыляемых мишеней и обосновать первое защищаемое положение в части «Тонкие сверхпроводящие пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ наследуют электрические свойства мишеней. Электросопротивление в нормальном состоянии и температура сверхпроводящего перехода пленок возрастают с уменьшением размера частиц материала мишени»

В четвертой главе приводятся результаты исследования структуры, морфологии и свойств пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, полученных распылением различных типов мишеней. Показано, что тонкие пленки, полученные распылением мишеней, изготовленных по обычной технологии, с добавкой нанопорошка и наноструктурированной керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, близки по структуре, морфологии и свойствам. Выбранные оптимальные технологические параметры и режимы работы обеспечили получение пленок со средним размером зерна для $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta} \sim 200 \text{ nm}$, независимо от структуры подложки. Монокристаллические зерна ориентированы без образования текстуры, тем не менее, абсолютные значения проводимости и температуры перехода в сверхпроводящее состояние близки к востребованным на практике. Скорость роста пленок с неприпаянных (горячих) мишеней оказалась высокой, порядка микрометров в час без ухудшения качества по проводимости. Показано, что на кремниевых подложках с аморфным слоем SiO_2 растет поликристаллический слой $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ после небольшого по протяженности аморфного слоя (интерфейс $\sim 10 \text{ nm}$). Далее наблюдается плавный переход осаждаемой пленки от нанокристаллической к микрокристаллической структуре. Сравниваются значения электросопротивления пленок, полученных на кремниевой подложке (с оксидным слоем) и на монокристаллических подложках SrTiO_3 и MgO , и показано, что на аморфном слое SiO_2 , можно получать сверхпроводящие пленки с требуемыми на практике сверхпроводящим свойствами. Приводятся результаты исследования спектра излучения магнетронной плазмы, которые показывают, что сценарий процессов, происходящих при распылении «горячих» микро- и наноструктурированной мишеней различны, но, при этом, получаемые тонкие пленки близки по структуре, морфологии и свойствам. Утверждается, что магнетронное распыление наноструктурированной мишени сопровождается дополнительным разогревом, связанным с ее высоким сопротивлением, а также повышением интенсивности термического распыления и тем большему, чем больше подводимая мощность. Вследствие

низкой механической прочности наноструктурированной мишени, она проявляет низкую термическую прочность. Ионная бомбардировка и термическое испарение этой мишени приводит к направленному потоку не только атомов, но и крупных частиц.

Наиболее значимыми результатами, полученные в работе, считаю следующие: установление факта, что скорости распыления и рост пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ с не припаянной (нагретой) мишени заметно выше, чем это наблюдается для припаянной (холодной) мишени; скорости распыления и роста пленок с наноструктурированной мишени, а также мишени с добавлением нанопорошка выше, чем при распылении микрокристаллической мишени. При этом все тонкие сверхпроводящие пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ наследуют электрические свойства мишеней.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием ряда взаимодополняющих современных аналитических методик, большим объемом экспериментальных данных и их корректной обработкой.

Вместе с тем, диссертационная работа не свободна от недостатков.

1. В второй главе посвященной описанию экспериментальной части работы не представлены аналитические методики, обеспечивающие всесторонний и полный анализа структуры и свойств объектов.
2. Оформление электронно-микроскопических изображений оставляет желать лучшего. Масштабная линейка на изображениях морфологий плохо различима, а также, плохо различимы границы раздела фаз на изображениях среза пленка/подложка, например, рис.4.10 стр. 86, 4.15 стр.93.
3. Для сверхпроводящего материала основными параметрами являются: температура перехода, токопроводящие свойства и (дельта) T перехода. В работе исследована только температура перехода.
4. В реальных условиях обычно все материалы используются в слабых или сильных магнитных полях. Однако в работе не приведены результаты влияния магнитного поля на сверхпроводящие свойства пленок.

Отмеченные недостатки не являются принципиальными, не снижают значимости полученных результатов и не влияют на общую высокую оценку диссертационной работы. Тексты диссертации и автореферата написаны научным языком, понятным для широкого круга специалистов в области физики конденсированного состояния. Суть работы достаточно подробно отражена в публикациях автора. Результаты работы докладывались и обсуждались на ведущих российских и международных конференциях. Текст авторе-

ферата достаточно полно отражает содержание диссертации. Личный вклад автора и его высокий квалификационный уровень не вызывают сомнений.

По своему объему и значимости, полученных результатов диссертационная работа является научно-квалификационным трудом, в которой содержится решение задачи в рамках проблемы по разработке новых функциональных материалов для компонентов электронной техники. Она соответствует требованиям п. 9 Положения (Постановление № 842 от 24.09.2013), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает ученоей степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент:

кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник лаборатории
роста тонких пленок

и неорганических наноструктур
ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН
Муслимов Арсен Эмирбекович.

ПОДПИСЬ ЗАВЕРЯЮ

Почтовый адрес:

119333, Россия, Москва,
Ленинский проспект, дом 59
Т. 89654324011
amuslimov@mail.ru

