

«УТВЕРЖДАЮ»
И.о. Директора ФНИЦ
«Кристаллография и фотоника» РАН
В. М. Каневский
2016г.



13

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

**на диссертационную работу Ахмедова Ахмеда Кадиевича
«Структура и свойства прозрачных проводящих слоев на основе
оксида цинка, полученных методом магнетронного распыления
нестехиометричных мишеней», представленную на соискание
ученой степени кандидата физико-математических наук по
специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.**

Диссертационная работа Ахмедова А. К. посвящена исследованию влияния состава, стехиометрии мишеней и условий синтеза на структуру, электрические и оптические свойства прозрачных проводящих слоев на основе оксида цинка.

Основной причиной наметившегося в последнее время повышенного интереса исследователей к слоям оксида цинка является перспектива создания на их основе прозрачных электродов в качестве альтернативы дорогостоящим слоям ITO в различных приложениях. Поэтому тема настоящей диссертации представляется весьма актуальной не только с исследовательской, но и с прикладной точки зрения.

Свойства поликристаллических слоев на основе оксида цинка, легированного донорной примесью, определяются рядом факторов. В качестве наиболее значимых из них можно отметить структуру синтезированных слоев, состав, уровень содержания и характер распределения легирующей примеси и собственных дефектов кристаллитов. Существенное влияние на электрические характеристики слоев оказывают также состав и структура межзеренных границ, в том числе и формируемые на границах зерен потенциальные барьеры.

При магнетронном синтезе слоев гетерогенные процессы на поверхности роста, а также процессы распыления мишеней и газофазные процессы протекают в едином технологическом цикле. Состав потока реагентов при этом находится в прямой зависимости от состава мишеней, их стехиометрии, а также условий распыления.

Для понимания физики происходящих процессов и построения моделей формирования слоев необходимо иметь достоверные данные о соотношении паров металла, молекул оксида и кислорода в составе потока реагентов и на поверхности роста. В связи с этим самостоятельной оценки заслуживает избранное диссертантом комплексное построение исследований, охватывающее процессы формирования и свойства распыляемых мишеней, соотношение компонентов в составе потока реагентов, и, как финал, механизмы формирования слоев и их свойства.

Структура и содержание диссертации

Диссертационная работа Ахмедова А. К. состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы из 200 наименований. Содержание работы изложено на 163 страницах, включая 54 рисунка и 9 таблиц.

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертации, сформулированы основные цели исследования, изложены научная новизна и практическое значение работы, приведены научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен достаточно полный литературный обзор по вопросам, касающимся механизмов формирования, структуры и свойств прозрачных проводящих слоев ТСО (Transparent Conducting Oxide) на основе широкозонных оксидных материалов. При этом особое внимание уделено магнетронным слоям на основе оксида цинка. Здесь также представлены литературные данные, в том числе и патентные, по методам получения керамических мишеней для магнетронного синтеза слоев ТСО.

Во второй главе приведены результаты исследований процессов формирования (спекания) нелегированных мишеней ZnO и керамических мишеней ZnO:Al, ZnO:Ga с различными уровнями легирования и отклонения от стехиометрии для магнетронного синтеза слоев на основе оксида цинка.

Впервые показано, что процесс низкотемпературного спекания компактированных материалов ZnO протекает в результате термодесорбции кислорода с поверхности зерен, диффузии кислорода из квазизамкнутого объема открытых пор в окружающую среду, формирования на поверхности зерен нестехиометричной фазы ZnO_{1-x}, приводящей к увеличению скорости диффузии, ускорению процесса спекания и формированию мишеней с дефицитом кислорода.

Изучение процессов спекания керамических материалов ZnO:Al, ZnO:Ga с различным содержанием примеси показало, что превышение уровня предельной растворимости легирующей примеси (Ga, Al) приводит к сегрегации избыточной примеси на межзеренные границы и формирование на границах зерен барьерных шпинельных фаз ($ZnGa_2O_3$, $ZnAl_2O_3$), блокирующих диффузию атомов и уплотнение керамики.

Показано, что внесение в состав керамики ZnO:Al, ZnO:Ga оксида бора способствует низкотемпературному растворению шпинельных фаз на границах зерен и достижению высокой плотности.

В третьей главе изложены результаты исследования механизмов формирования, структуры, электрических и оптических характеристик слоев AZO и GZO с различным содержанием легирующей примеси. На основании результатов исследования взаимосвязи структуры и электрических свойств с режимами осаждения слоев показано, что с ростом температуры синтеза максимум кристаллического совершенства и минимум удельного сопротивления слоев достигаются при меньших уровнях легирования.

Важными для построения последующих работ являются результаты исследования влияния температуры синтеза на структуру и электрические характеристики слоев с различным содержанием примеси. Полученные зависимости имеют схожий характер и обнаруживают максимумы размеров зерен, концентрации свободных носителей и их подвижности в одной и той же области температур - около 400°C . Таким образом, установлено прямое влияние структуры на электрические характеристики слоев.

В четвертой главе приведены результаты исследования влияния соотношения Zn/O₂ в составе потока реагентов на структуру и свойства слоев GZO. Автором предложен и реализован оригинальный метод увеличения подвижности осаждаемых атомов на поверхности роста при относительно низких температурах ($200 - 450^\circ\text{C}$), предполагающий внесение избыточного цинка в состав потока реагентов. Показано, что при формировании слоев GZO путем сораспыления керамической мишени GZO и металлической мишени Znc ростом содержания цинка в составе потока реагентов наблюдается рост структурного совершенства слоев, вплоть до полного подавления столбчатой структуры, характерной для слоев, синтезированных в неравновесных условиях.

Впервые предложена модель роста слоев из потока реагентов с избыточным содержанием цинка, предполагающая осаждение слоев из формирующейся на поверхности роста квазиравновесной динамической фазы ZnO_{1-x} . Эту модель можно рассматривать как дальнейшее развитие устоявшихся общепринятых моделей Мовчана-Демчишина и Торнтонна.

Автором впервые исследованы процессы искрового плазменного спекания двухфазных композитных систем оксид цинка – цинк и оксид цинка – углерод с различным соотношением фаз. На основании полученных результатов синтезированы мишени GZO – Zn и GZO – C, обеспечивающие требуемый избыток цинка в составе потока реагентов.

В **заключении** сформулированы основные научные результаты работы.

Достоверность полученных результатов и **обоснованность** сделанных выводов подтверждается использованием современных экспериментальных методик, публикацией результатов в российских и зарубежных рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК и их апробацией на авторитетных научных конференциях.

Новизна и **оригинальность** полученных результатов подтверждается рядом патентов, представленных в настоящей работе.

Практическое значение работы определяется тем, что часть результатов представленных в настоящей работе уже внедрены в производство, а часть – находится на стадии внедрения.

В качестве **замечаний** можно отметить следующее:

1. Для проведения исследований степени отклонения от стехиометрии в работе автором использованы качественные методы, такие как люминесцентный анализ или изменение концентрации свободных носителей в процессе спекания, что совершенно правомерно, однако использование прямых количественных методов, основанных, например, на послойном исследовании поверхности зерен методом Оже – спектроскопии, было бы предпочтительнее. Проведение таких измерений позволит прогнозировать дефицит кислорода в синтезируемых мишенях.

2. Для более детального исследования механизма сегрегации легирующей примеси в область межзеренных границ представляется целесообразным привлечение методов просвечивающей электронной микроскопии.

3. Существенно улучшили бы впечатление о работе приведение данных об элементном составе фаз на межзеренных границах.

Сделанные замечания ни в коей мере не снижают ценность полученных результатов, но их учет будет полезен при выполнении дальнейших исследований. Диссертация А.К. Ахмедова представляет собой законченное научное исследование, результаты которого имеют как научное, так и прикладное значение.

Работа имеет четкую, логически обоснованную структуру. Основные результаты и выводы обладают высокой степенью оригинальности и новизны и создают основу для постановки новых работ в данном важном направлении.

Материалы публикаций и автореферат достаточно полно передают содержание диссертации.

Диссертационная работа по актуальности поставленных задач, уровню их решения, научной новизне полученных результатов, безусловно удовлетворяет требованиям ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842), а ее автор, Ахмедов Ахмед Кадиевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Доклад А. К. Ахмедова по диссертационной работе заслушан и обсужден 7 апреля 2016 года на семинаре Института проблем лазерных и информационных технологий РАН.

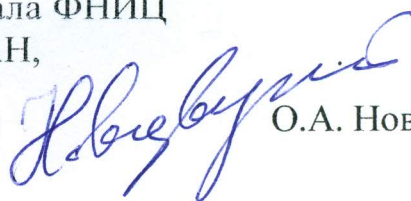
Отзыв подготовил:

Заведущий лаборатории наноструктур и

тонких пленок ИПЛИТ РАН - филиала ФНИЦ
«Кристаллография и фотоника» РАН,

доктор физико-математических наук
Тел. (49645) 2-22-14

E-mail: hmd@laser.ru



О.А. Новодворский

140700, г. Шатура, Московская обл., Святоозерская ул., 1, Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН – филиал Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук»

Тел. (496) 452-59-95

Факс (496) 452-25-32

E-mail: ilit@laser.ru