

**Отзыв
официального оппонента**
**на диссертационную работу Кабировой Дилары Бязитовны «Эволюция
микроструктуры и текстуры при отжиге и деформации сверхпроводящей
керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ »,**
представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических
наук по специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния

Актуальность работы

Объемные высокотемпературные сверхпроводники перспективны для использования в электродвигателях, магнитных подшипниках, магнитных экранах и других устройствах. Однако они пока не нашли широкого применения из-за более низких сверхпроводящих свойств по сравнению с пленками и проводами. Для достижения высокой плотности критического тока необходимо создать структуру, обладающую одновременно острой текстурой, оптимальным кислородным индексом, хорошей связностью зерен и высокой плотностью центров пиннинга магнитного потока. Получение такого структурного состояния является сложной материаловедческой задачей. Параметром, который необходимо улучшить в первую очередь, является текстура. В данной работе для получения острой текстуры использовали новый метод - горячее кручение под квазигидростатическим давлением. Однако для получения острой текстуры необходимо понимание природы и механизмов многих сопутствующих процессов, протекающих при высоких температурах: роста зерен, залечивания пор, деформации, формирования текстуры. В этой связи диссертационная работа Кабировой Д.Б., посвященная комплексному исследованию эволюции микроструктуры и текстуры при отжиге и деформации сверхпроводящей керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (Y123), является актуальной.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Во **введении** обоснована актуальность и сформулирована цель исследования. Изложена научная новизна, обоснована достоверность исследования, приведены конференции, на которых была апробирована работа, указаны программы и госзадания, в рамках которых выполнялась работа, приведены положения, выносимые на защиту.

В **Главе 1** представлен литературный обзор, где описаны явление сверхпроводимости, основные данные о структуре, фазовом составе и свойствах сверхпроводящей керамики Y123. Большое внимание уделено методам текстурирования ВТСП керамики. Обоснован выбор метода горячего кручения под давлением для создания острой текстуры. По итогам обзора литературы сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Глава 2 посвящена описанию материала исследования, методам деформации, исследования структуры и измерению сверхпроводящих свойств.

Глава 3 посвящена описанию кинетики роста зерен. Показано, что рост зерен в керамике Y123 происходит при появлении жидкости по границам зерен. В процессе роста равноосные зерна трансформируются в пластины. Кинетика удлинения пластин постоянна и контролируется диффузией элементов через жидкую пленку, в то время как утолщение зерен происходит более сложным образом. На первом этапе скорость утолщения пластин меньше, чем для диффузионно-контролируемой модели, а на втором этапе контролируется диффузией. Смена кинетики утолщения происходит в момент массового столкновения пластин друг с другом.

В **Главе 5** рассмотрены процессы, приводящие к уплотнению керамики Y123 при отжиге. Показано, что наиболее полное залечивание остаточных пор наблюдается при прохождении вторичной рекристаллизации. Предложен механизм залечивания пор, связанный с шириной распределения зерен по размеру и коэффициенту формы.

В **Главе 6** рассмотрено влияние параметров деформации кручением под давлением на формирование текстуры в керамике Y123. Показано, что основным механизмом деформации и формирования базисной текстуры в керамике Y123 является зернограничное проскальзывание. Определенный вклад в формирование текстуры вносит и механизм направленного роста зерен.

В **Главе 6** представлены результаты исследования неоднородности текстуры по высоте и радиусу деформированного образца методами рентгеновской дифракции и EBSD. Установлено, что вид текстуры зависит от области образца. На периферии образца формируется текстура ограниченного типа. Измерен спектр разориентировок границ зерен. Показано, что на периферии образца более 50% границ являются малоугловыми, что благоприятно для протекания электрического тока высокой плотности.

В Главе 7 описывается аномальный рост зерен в керамике Y123 при деформации при температуре 1008°С. Показано, что аномально крупные зерна формируются при деформации, а не при охлаждении.

В Главе 8 представлены результаты измерения сверхпроводящих свойств. Установлено, что в деформированной керамике границы зерен находятся в неравновесном состоянии, что проявляется в слабой связности зерен сверхпроводящей фазы Y123. Неравновесность границ зерен является следствием локализации деформации по границам зерен. Показано, что для восстановления связности зерен необходима миграция границ зерен, поэтому деформированную керамику следует подвергать промежуточному рекристаллизационному отжигу. Для повышения плотности критического тока автор считает необходимым ввести в керамику дополнительные центры пиннинга магнитного потока.

Наиболее важные результаты, полученные в работе

- Установлены механизмы роста зерен и залечивания остаточных пор в керамике Y123 при отжиге;
- показана возможность получения деформационными методами острой кристаллографической текстуры в объемной керамике Y123;
- показано, что скорость кручения оказывает существенное влияние на формирование текстуры. Чем ниже скорость кручения, тем выше уровень текстуры, при равных прочих параметрах;
- показано, что микроструктура однородна вдоль радиуса образца, в то время как текстура не однородна;
- измерены сверхпроводящие свойства деформированной керамики Y123. Дано объяснение причин низкой плотности критического тока и предложены пути его повышения.

Обоснованность и достоверность полученных результатов

Достоверность результатов и обоснованность выводов диссертационной работы подтверждаются использованием проверенных методик, большим объемом выборки для статистической обработки и согласием с результатами работ других исследователей.

Научная ценность и практическая значимость результатов

Научная ценность диссертационной работы заключается в том, что установлены закономерности влияния отжига и деформации горячим кручением под давлением на структуру и свойства высокотемпературной сверхпроводящей керамики Y123. Полученные закономерности могут быть полезны при изучении других сверхпроводящих керамик. Практическая значимость работы заключается в том, что получена объемная сверхпроводящая керамика с высоким уровнем текстуры, которая может быть использована в различных электротехнических устройствах, работающих при температуре кипения жидкого азота.

По работе имеются следующее замечания:

1. На рисунке 3.9 представлено девять распределений зерен по длине, толщине и коэффициенту формы для трех разных температур отжига. К сожалению, распределения не отмечены буквенными обозначениями (а), (б), (в) и т.д., из чего сразу разобраться, что к чему относится.
2. В качестве исходного материала автор использовал порошок Y123, полученный методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (ИСМ РАН, г. Черноголовка) и нитритно-нитратный порошок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3(\text{NO}_3)_x$ (Гиредмет, г. Химки). Влияет ли способ получения исходных порошков, его чистота на качество получаемых образцов, их структуру и свойства?
3. На рисунках 8.1, 8.3, 8.4, 8.13, 8.14 не указано, где какая составляющая динамической магнитной восприимчивости.
4. EBSD исследование однородности распределения текстуры было проведено на отрезке: центр - периферия образца, т.е. на радиусе образца. Было обнаружено, что на определенном расстоянии от центра образца формируется участок с небазисной текстурой. Автор считает, что этот участок имеет кольцевой характер. Однако такое утверждение не обосновано, т.к. для этого необходимо было, как минимум, исследовать распределение микротекстуры по диаметру образца.

Заключение по диссертации

Несмотря на имеющиеся замечания, представленная работа заслуживает положительной оценки. Достоверность представленных результатов не вызывает сомнения. Работа выполнена на высоком научном уровне, на современном оборудовании и прошла апробацию на российских и международных конференциях. Сделанные в работе выводы полностью соответствуют

поставленной цели и частным задачам исследования. Работа представляет законченное научное исследование, в котором диссертант разработал и обосновал новые подходы формирования сильно текстуированных сверхпроводников. В ВТСП керамике Y123 методом горячего кручения под давлением получена острыя текстура на уровне 99,5%. Качество оформления диссертации и автореферата отвечает требованиям ВАК. Основные результаты работы опубликованы в рецензируемых журналах из перечня ВАК. Текст автореферата полностью отражает содержание диссертации. В целом диссертационная работа удовлетворяет требованиям ВАК, соответствует пп. 9–11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней» и п.1 паспорта специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния, а Кабирова Дилара Бязитовна заслуживает присвоения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Я, Гундеров Дмитрий Валерьевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой докторской диссертации и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент:

Доктор физико-математических наук,

ведущий научный сотрудник

Института физики молекул и кристаллов

- обособленного структурного подразделения

ФГБНУ УФИЦ РАН

Тел.: +7(347) 292-14-17, +7(347) 235-95-22

e-mail: dimagun@mail.ru

адрес: 450054, Уфа, проспект Октября, д.71

Подпись Д. В. Гундерова удостоверяю,
специалист по кадрам

23.07.2020

Воронова А.Д.

