

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по научной работе НИУ МИЭТ,

д. т. н., профессор,

С. А. Гаврилов



«06»

09

2022 г.

## ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Кубасова Ильи Викторовича «Закономерности формирования доменной структуры в монокристаллических пластинах ниобата лития при сегнетоэлектрическом фазовом переходе», представленную на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа, предоставленная на отзыв, состоит из введения, четырех глав, выводов и списка используемых источников из 502 наименований, изложена на 231 странице машинописного текста, включает 53 иллюстрации и 10 таблиц.

### Актуальность темы диссертационного исследования

Монокристаллический ниобат лития является одним из основных материалов объемной и интегральной оптики. В последнее время интерес к этому материалу возрос также в связи с возможностью формирования в нем заряженных доменных стенок, стабильных в широком диапазоне температур. В работе Кубасова И. В. исследованы физические и технологические основы формирования таких заряженных доменных стенок в ниобате лития в рамках создания так называемых бидоменных кристаллов. Основным предполагаемым применением бидоменных кристаллов является изготовление на их основе чувствительных элементов для линейных сенсоров и актиоаторов. Несмотря на то, что фундаментальная возможность получения бидоменной структуры в кристаллах некоторых сегнетоэлектриков была известна ранее, именно в работе Кубасова И. В. описан механизм формирования двух макроскопических доменов при наличии объемных неоднородностей состава материала. Новизна предложенной в работе модели определяется переходом от рассмотрения макроскопических электрических полей, предложенного в ряде статей, к рассмотрению полей микроскопических, индуцированных точечными дефектами в кристаллической структуре. Автором диссертации показано, что любое макроскопическое поле в ниобате лития при температуре сегнетоэлектрического фазового перехода быстро и в небольшом объеме экранируется. Интерес представляет рассмотренный в работе двухстадийный процесс доменообразования, при котором рост домена инициируется дипольным моментом, связанным с литиевой вакансиеей. Кроме того, Кубасовым И. В. продемонстрирован внушительный набор возможных применений бидоменных кристаллов, а также проведены модельные расчеты оптимальных кристаллографических срезов для создания различных устройств, что также подтверждает актуальность представленной работы.

## **Общая характеристика работы**

Во введении автор работы обосновывает актуальность темы и ее разработанность, ставит цель и задачи исследования, описывает научную новизну исследования, теоретическую и практическую значимость, постулирует положения, выносимые на защиту.

Глава 1 диссертации посвящена обзору структуры и свойств кристаллов ниобата лития и изоморфного ему танталата лития. Детально проанализированы природа сегнетоэлектрических свойств, динамика фазового перехода, модели дефектообразования в условиях отклонения состава от стехиометрического. Перечислены механизмы транспорта носителей и ионов в кристаллах ниобата лития. Приведены методы определения состава кристаллов, актуальные для данной работы.

Глава 2 диссертации содержит обзор литературных и собственных результатов автора на тему доменообразования в кристаллах ниобата лития при сегнетоэлектрическом фазовом переходе. Важно подчеркнуть, что приведенные в главе научные данные не относятся к традиционным методам формирования доменной структуры в ниобате лития и танталате лития при температурах, близких к комнатной, с помощью высоковольтных электрических импульсов. Кубасовым И. В. проделана серьезная аналитическая работа и обобщены данные значительного количества статей, сделаны выводы о возможных механизмах доменообразования при сегнетоэлектрическом фазовом переходе в отсутствие внешних электрических полей.

Глава 3 диссертации включает в себя результаты формирования бидоменной структуры при обеднении или, наоборот, обогащении приповерхностных слоев кристаллов ниобата лития оксидом лития. Предложен оригинальный метод стабилизации доменной структуры путем использования твердофазного геттера. Показана однозначная связь между морфологией доменной структуры и характером изменения состава кристалла. Наиболее интересным экспериментальным результатом является обнаруженный автором эффект симметризации концентрационного профиля оксида лития даже в условиях несимметричной ин- и аут-диффузии. Предложена модель двухэтапного формирования доменной структуры, в которой в качестве инициатора доменообразования выступает дипольный момент литиевой вакансии.

Глава 4 диссертации описывает возможные области применения бидоменных кристаллов и содержит результаты апробации изготовленных в работе образцов. Приведены модельные расчеты оптимальных кристаллографических срезов для различных применений (статические перемещения, высокочастотные вибрации). Установлено, что среди коммерчески доступных ориентаций наилучшим образом для дальнейшего внедрения в механоэлектрические приборы подходят пластины у+128°-го среза.

В Заключении автор делает выводы, полученные при выполнении диссертационной работы, а также выдвигает предложения для дальнейших работ.

Диссертация выполнена на очень высоком экспериментальном и теоретическом уровне. Результаты, полученные при выполнении диссертации, опубликованы в ведущих рецензируемых научных журналах (16 статей и 5 патентов), входящих в перечень ВАК, и представлены на национальных и международных научных конференциях (16 докладов). Кубасовым И. В. получены новые результаты по механизмам формирования доменной структуры в монокристаллических пластинах ниобата лития при сегнетоэлектрическом фазовом переходе, предложена микроскопическая модель формирования бидоменной

структуры в условиях неоднородного распределения концентрации оксида лития в кристалле, проведена апробация разработанных методов при создании прототипов реальных устройств, что в совокупности, безусловно, является прорывом в области доменной инженерии сегнетоэлектриков и открывает большие возможности для создания новых сенсоров и актиuatorов.

Автореферат достаточно полно отражает содержание диссертации.

### **Анализ научных положений, выносимых на защиту**

На защиту автор выносит пять научных положений, которые обоснованы в главах 2 – 4.

Первое и второе положения, выносимые на защиту, касаются значительного улучшения технологии формирования бидоменной структуры в кристаллах ниобата лития. Важность положений для диссертации и доменной инженерии в целом заключается в возможности значительно уменьшить толщину бидоменного кристалла, что актуально для перехода к микроэлектромеханическим системам.

Третье положение, выносимое на защиту, в целом, близко соотносится с первыми двумя, однако имеет также значительный фундаментальный интерес. Действительно, продемонстрированная данными рамановского картирования симметризация концентрационного профиля оксида лития в кристаллах открывает новые возможности для модификации приповерхностных слоев ниобата лития и требует дальнейших более глубоких исследований.

Четвертое положение, выносимое на защиту, доказывается в рамках обработки симметричного концентрационного профиля оксида лития в кристаллах, прошедших отжиг с двухсторонней аут-диффузией. Автор использует методы нелинейного регрессионного анализа, а также апеллирует к литий-вакансационной модели дефектообразования в кристаллах ниобата лития.

Пятое положение, выносимое на защиту, детально обосновывается в Главе 4 на основе собственных результатов автора, а также некоторого количества цитируемых ранних работ.

Все научные положения обоснованы автором в достаточной степени, формулировки и достоверность не вызывают сомнений.

### **Теоретическая и практическая ценность диссертации**

Результаты, полученные в диссертационной работе, могут быть использованы для создания линейных актиuatorов, сенсоров вибраций, колебаний, пульсаций, магнитных полей (в составе магнитоэлектрических композитов), а также систем сбора бросовой механической энергии.

Предложенная модель формирования бидоменной структуры в условиях неоднородно распределения концентрации лития, а также обнаруженный эффект симметризации концентрационного профиля важны для фундаментальной физики сегнетоэлектриков и требуют дальнейшего развития и исследования.

### **Научная новизна**

– впервые продемонстрирована стабилизация доменной структуры после отжигов с выдержкой выше точки сегнетоэлектрического фазового перехода при использовании

твердофазных источников или геттеров оксида лития, заключающаяся в уменьшении объема переходной полидоменной области бидоменного кристалла;

– впервые показано, что при односторонней ин- и аут-диффузии оксида лития происходит симметризация концентрационного профиля оксида лития в поперечном сечении кристалла ниобата лития;

– установлены закономерности формирования доменной структуры при одно- и двухсторонней ин- и аут-диффузии оксида лития в монокристаллических пластинах ниобата лития, продемонстрирована достаточность односторонней несимметричной диффузии для формирования бидоменной структуры;

– предложена микроскопическая модель формирования бидоменной структуры при сегнетоэлектрическом фазовом переходе в кристаллах с неоднородным распределением оксида лития вдоль оси третьего порядка;

### **Достоверность и надежность результатов**

Достоверность и надежность научных результатов выполненной работы не вызывают сомнений, что обеспечивается использованием современного экспериментального оборудования и общепризнанных методик, глубоким анализом проблематики в рамках литературного обзора, сопоставлением собственных результатов автора с данными других научных групп. Предложенная модель не противоречит законам физики конденсированного состояния и хорошо согласуется с экспериментальными результатами. Результаты, представленные в диссертации, опубликованы в высокорейтинговых журналах, входящих в список ВАК, а также индексируемых наукометрическими системами Web of Science и Scopus. Также достоверность полученных результатов подтверждается неоднократными выступлениями Кубасова И. В. на международных конференциях с устными и стендовыми докладами по теме диссертационной работы.

### **Рекомендации по использованию результатов диссертации**

Новые результаты, полученные в работе, представляют интерес для инженеров и ученых, специализирующихся в физике сегнетоэлектриков, сенсорике, кристаллофизике и электронике. Предложенные технологические подходы могут быть рекомендованы для использования в таких организациях, как Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова Российской академии наук (Москва), НИУ ИТМО (Санкт-Петербург), АО «НИИФИ» (Пенза).

### **Замечания по диссертационной работе**

При общем положительном впечатлении от диссертационной работы Кубасова И. В. следует, тем не менее, сделать ряд замечаний:

1. Модель формирования бидоменной структуры в условиях неоднородного распределения концентрации лития, предложенная автором, сформулирована в рамках концепции литий-вакансационной модели дефектообразования. В то же время в § 3 диссертации описано несколько моделей дефектообразования в ниобате лития при изменении концентрации оксида лития. Чем продиктован выбор именно литий-вакансационной модели остается неясным.

2. Во многих местах диссертации автор упоминает кристаллы танталата лития, однако в экспериментальной части вопросы формирования бидоменной структуры в этом материале

остаются нераскрытыми. Ответа на вопрос, насколько применима к танталату лития предложенная методика, остается открытым.

3. Объем диссертации превышает 200 страниц, некоторые данные литературного обзора при этом представляются при прочтении необязательными для дальнейшего изложения (например, активация транспорта при комнатной температуре).

4. Хотя статистическая значимость полученных методом рамановской микроскопии данных о составе кристаллов не вызывает сомнений, на графиках, приведенных на рис. 66 – 68 диссертации, не хватает значений ошибки измерений.

Указанные замечания не снижают общего высокого научного уровня и ценности работы диссертанта. Поставленные цели достигнуты, задачи решены, полученные данные не вызывают сомнения. Работа является логически целостным и завершенным научным исследованием, в рамках которого получен ряд новых результатов, представляющих несомненный фундаментальный и практический интерес. Материал диссертации изложен последовательно, рисунки и графики полно иллюстрируют полученные автором результаты.

Таким образом, диссертация Кубасова Ильи Викторовича «Закономерности формирования доменной структуры в монокристаллических пластинах ниобата лития при сегнетоэлектрическом фазовом переходе» представляет собой законченное научное исследование, выполненное на высоком уровне, и полностью удовлетворяет требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», а ее автор Кубасов Илья Викторович заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Отзыв на диссертационную работу Кубасова И. В. утвержден на заседании Ученого совета Института «Перспективных материалов и технологий» НИУ МИЭТ. На заседании присутствовало 19 человек из 23 членов Совета. Результаты голосования: «за» — 19 чел., «против» — нет, «воздержалось» — нет. Протокол заседания №13 от «31» августа 2022 г.

Зам. директора по НД Института ПМТ,  
к.т.н.



Дронов А.А.

Ученый секретарь Института ПМТ,  
к.х.н.



Михайлова М.С.

### **Сведения о ведущей организации**

Полное наименование организации	федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники»
Сокращенное наименование	Национальный исследовательский университет «МИЭТ», НИУ МИЭТ, МИЭТ

организации	
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и высшего образования РФ
Почтовый адрес организации с указанием индекса	124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1.
Телефон с указанием кода города	8 (499) 731-44-41
Адрес электронной почты	netadm@miee.ru
Адрес официального сайта в сети «Интернет»	<a href="https://www.miet.ru/">https://www.miet.ru/</a>
Руководитель организации	Беспалов Владимир Александрович
Уполномоченный	Гаврилов Сергей Александрович
Должность	Проректор по научной работе
Ученая степень	Доктор технических наук
Ученое звание	Профессор
Список основных публикаций работников ведущей организации по тематике диссертации в рецензируемых научных изданиях за 2017 - 2022 гг.	<p>1. A. Grigoriev, S. Lebedev, A. Timofeev Measuring system of vibration diagnostic with the metrological self-control function // International Journal of Engineering and Advanced Technology. – 2019. – Т. 9. – №. 1. – С. 6639-6646.</p> <p>2. A. Thura, B. M. Simonov, S. P. Tymoshenkov Investigation of the Effects of Random Vibration on the Characteristics of Micromechanical Accelerometers // Russian Microelectronics. – 2020. – Т. 49. – №. 7. – С. 532-537.</p> <p>3. A. N. Morozovska, E. A. Eliseev, I. S. Vorotiahin, M. V. Silibin, S. V. Kalinin, N. V. Morozovsky. Control of polarization reversal temperature behavior by surface screening in thin ferroelectric films // Acta Materialia. – 2018. – Т. 160. – С. 57-71.</p> <p>4. A. N. Morozovska, E. A. Eliseev, D. V. Karpinsky, M. V. Silibin, R. Vasudevan, S. V. Kalinin, Y. A. Genenko. Mesoscopic theory of defect ordering-disordering transitions in thin oxide films // Scientific reports. – 2020. – Т. 10. – №. 1. – С. 1-13.</p> <p>5. D.V. Karpinsky, M.V. Silibin, D.V. Zhaludkevich, S.I. Latushka, V.V. Sikolenko, D.M. Többens, D. Sheptyakov, V.A. Khomchenko, A.A. Belik. Crystal and Magnetic Structure Transitions in BiMnO<sub>3+δ</sub> Ceramics Driven by Cation Vacancies and Temperature // Materials. – 2021. – Т. 14. – №. 19. – С. 5805.</p> <p>6. D.V. Karpinsky, M.V. Silibin, D.V. Zhaludkevich, S.I. Latushka, A.V. Sysa, V.V. Sikolenko, A.L. Zhaludkevich, V.A. Khomchenko, A. Franz, K. Mazeika, D. Baltrunas, A. Kareiva. Magnetic properties of BiFeO<sub>3</sub>–BaTiO<sub>3</sub></p>

- ceramics in the morphotropic phase boundary: A role of crystal structure and structural parameters // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2021. – T. 539. – C. 168409.
7. A. Pakalniškis, R. Skaudžius, D.V. Zhaludkevich, S.I. Latushka, V. Sikolenko, A.V. Sysa, M. Silibin, K. Mažeika, D. Baltrūnas, G. Niaura, M. Talaikis, D.V. Karpinsky, A. Kareiva. Pressure induced phase transitions in Sm-doped BiFeO<sub>3</sub> in the morphotropic phase boundary // Materials Chemistry and Physics. – 2022. – T. 277. – C. 125458.
8. D.V. Karpinsky, M.V. Silibin, S.I. Latushka, D.V. Zhaludkevich, V.V. Sikolenko, H.Al-Ghamdi, A.H. Almuqrin, M.I. Sayyed, A.A. Belik. Structural and Magnetic Phase Transitions in BiFe<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub>O<sub>3</sub> Solid Solution Driven by Temperature // Nanomaterials. – 2022. – T. 12. – №. 9. – C. 1565.
9. M.S.Ivanova, M.V.Silibin, V.A.Khomchenko, T.Nikitin, A.S.Kalinin, D.V.Karpinsky, I.Bdikin, V.V.Polyakov, R.Fausto, J.A.Paixão. Strong impact of LiNbO<sub>3</sub> fillers on local electromechanical and electrochemical properties of P (VDF-TrFe) polymer disclosed via scanning probe microscopy // Applied Surface Science. – 2019. – T. 470. – C. 1093-1100.
10. S. I. Gudkov, M. V. Kamenshchikov, A. V. Solnyshkin, I. L. Kislova, A. N. Belov, D. A. Kiselev, R. N. Zhukov, M. D. Malinkovich. Dielectric dispersion in thin LiNbO<sub>3</sub> films // Ferroelectrics. – 2019. – T. 544. – №. 1. – C. 62-67.
11. K. D. Baklanova, A. V. Solnyshkin, I. L. Kislova, S. I. Gudkov, A. N. Belov, V. I. Shevyakov, R. N. Zhukov, D. A. Kiselev, M. D. Malinkovich. Pyroelectric properties and local piezoelectric response of lithium niobate thin films // physica status solidi (a). – 2018. – T. 215. – №. 5. – C. 1700690.
12. S. M. Afonin. Rigidity of a multilayer piezoelectric actuator for the nano and micro range // Russian Engineering Research. – 2021. – T. 41. – №. 4. – C. 285-288.
13. S. M.Afonin. Absolute Stability of Control System for Deformation of Electromagnetoelastic Actuator Under Random Impacts in Nanoresearch // International Conference on Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications. – Springer, Cham, 2021. – C. 519-531.
14. M. V. Silibin, V. S. Bystrov, D. V. Karpinsky, N. Nasani, G. Goncalves, I. M. Gavrilin, A. V. Solnyshkin, P. A. A. P. Marques, B. Singh, I. K. Bdikin. Local mechanical and electromechanical properties of the P (VDF-TrFE)-graphene oxide thin films // Applied Surface Science. – 2017. – T. 421. – C. 42-51.