

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Ильиной Татьяны Сергеевны на тему: **«Состав, структура и сегнетоэлектрические свойства керамик на основе KNN»**,
представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук
по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния
и состоявшейся в НИТУ МИСИС 18.12.2023 г.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ МИСИС 16.10.2023 г., протокол № 14.

Диссертация выполнена в лаборатории физики оксидных сегнетоэлектриков кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – Киселев Дмитрий Александрович, PhD, кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией физики оксидных сегнетоэлектриков кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ МИСИС.

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ МИСИС (протокол № 14 от 16.10.2023 г.) в составе:

1. Костишин Владимир Григорьевич – доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой технологии материалов электроники НИТУ МИСИС – председатель экспертной комиссии;
2. Ховайло Владимир Васильевич – доктор физико-математических наук, профессор кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ МИСИС;
3. Кирюханцев-Корнеев Филипп Владимирович – доктор технических наук, заведующий лабораторией «In situ диагностика структурных превращений» НУЦ СВС, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ МИСИС;
4. Малышкина Ольга Витальевна – доктор физико-математических наук, профессор кафедры компьютерной безопасности и математических методов управления федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственный университет»;
5. Ломонова Елена Евгеньевна – доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующая лабораторией, отдел нанотехнологий научного центра

лазерных материалов и технологий Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр «Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук».

В качестве ведущей организации утверждено федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», г. Москва, г. Зеленоград.

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

1. Проведен комплексный анализ структуры и сегнетоэлектрических свойств керамических образцов на основе ниобата натрия калия с различными добавками разной концентрацией методами сканирующей зондовой микроскопии, рентгеновской дифракции, сканирующей электронной микроскопии и энерго-дисперсионной спектроскопии.

2. Обнаружено, что для серии керамик KNN, легированных BaZrO_3 результаты рентгеновской дифракции демонстрируют наличие трех основных фаз: тетрагональной tP5, ромбоэдрической hR5 и тетрагональной tP50. Фазы tP5 и hR5 имеют структуру искаженных перовскитов и являются сегнетоэлектрическими. Третья фаза ассоциируется с несегнетоэлектрической $\text{K}_6\text{Nb}_{10.8}\text{O}_{30}$. Методом РФЭС установлено два химических состояния калия.

3. Установлено, что легирование керамики ионами Ag^+ приводит к увеличению доли сегнетоэлектрической фазы с 77 до 95 %. Максимальное содержание сегнетоэлектрической фазы среди всех исследованных серий получено для состава $0.92\text{KNN} - 0.08\text{AgNO}_3 + 5 \% \text{LiF}$ и составляет 95.2 %.

4. Предложена модель химического сдвига фотоэлектронной линии K 2p на основе анализа кристаллических структур KNbO_3 и $\text{K}_6\text{Nb}_{10.8}\text{O}_{30}$, выявляющая неэквивалентные ионы калия.

5. Впервые установлено, что концентрация ионов калия во вторичной фазе является чувствительным индикатором сегнетоэлектрических свойств керамики на основе KNN.

6. Впервые использован прием совмещения СМП изображения и изображения фазового контраста (РЭМ, ЭДС) одного и того же локального участка с целью обнаружения прямой корреляции состава и сегнетоэлектрических свойств бессвинцовой керамики.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

В диссертационной работе установлены закономерности сосуществования двух сегнетоэлектрических фаз – тетрагональной и ромбоэдрической в случае легирования BaZrO_3 керамики KNN. Выявлено, что концентрация ионов калия, рассчитанная по фотоэлектронному спектру К 2р в области $E_{\text{св}} = 292 - 293$ эВ, является чувствительным индикатором вторичной фазы в керамике KNN. Обнаружено, что дефицит катионов щелочных металлов способствует образованию несегнетоэлектрической фазы. Анализ экспериментальных данных на основе модели влияния химической модификации на сегнетоэлектрические свойства показал, что гетерогенность оказывает преимущественное влияние по сравнению с кристаллохимическими параметрами. Предложена модель химического сдвига фотоэлектронной линии К 2р на основе анализа кристаллических структур KNbO_3 и $\text{K}_6\text{Nb}_{10.8}\text{O}_{30}$, выявляющая неэквивалентные ионы калия.

Значение полученных соискателем результатов исследования представляют практический интерес для ученых, специализирующихся в области физики бессвинцовых сегнетоэлектриков, кристаллофизике и кристаллохимии.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Для проведения исследования были использованы керамики, синтезированные по отработанным методикам в Федеральном исследовательском центре химической физики им. Н.Н. Семенова РАН (Москва) Политовой Е.Д. и Калевой Г.М. Достоверность и повторяемость результатов измерений методами СМП, РД, РЭМ, ЭДС и РФЭС подтверждалась контролем стандартных образцов и использованием отработанных методик измерений. Представленные результаты были опубликованы в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Web of Science/Scopus, и представлены на международных и всероссийских конференциях.

Личный вклад автора в настоящую работу состоит в постановке задач исследований в соответствии с целями, проведении экспериментов, обработке и обобщении полученных результатов, написании научных статей для публикаций. Диссертационная работа является результатом научных исследований автора, выполненных в лаборатории физики оксидных сегнетоэлектриков кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ МИСИС. Все основные

результаты, представленные в диссертационной работе, получены лично автором или с непосредственным участием автора при проведении работ и интерпретации результатов.

Материалы диссертации Ильиной Татьяны Сергеевны опубликованы в 4 печатных работах, входящих в перечень ВАК РФ и международные базы цитирования Scopus и Web of Science.

Пункт 2.6 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС соискателем ученой степени кандидата наук не нарушен. Диссертация Ильиной Татьяны Сергеевны соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС, так как в ней на основании выполненных автором работ исследована структура, состав и сегнетоэлектрические свойства бессвинцовой керамики на основе ниобата натрия калия с различными легирующими добавками. Полученные в работе результаты имеют важное научное значение и являются перспективными в решении практических задач.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Ильиной Татьяне Сергеевне ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния».

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 5 (пять) человек, участвовавших в заседании, из 5 человек, входящих в состав комиссии, проголосовала: за – 5 (пять), против – 0 (ноль), недействительных бюллетеней – 0 (ноль).

Председатель Экспертной комиссии

В.Г. Костишин

18.12.2023 г.