

ОТЗЫВ  
официального оппонента  
кандидата физико-математических наук, доцента Ивановой Александры Ивановны  
о диссертации Старицына Михаила Владимировича  
«Микроструктура и полярные свойства сферолитовых тонких пленок цирконата-  
титаната свинца», представленной на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук  
по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния

Диссертационная работа М.В. Старицина посвящена исследованию микроструктуры и полярных свойств сферолитовых тонких пленок цирконата-титаната свинца составов, соответствующих области морфотропной фазовой границы, изготовленных двустадийным методом высокочастотного магнетронного распыления на платинированных подложках кремния и ситалла.

Тонкопленочные сегнетоэлектрические материалы широко применяются в устройствах динамической и статической (неразрушающей) памяти, устройствах ИК-техники и СВЧ-электроники, микроэлектромеханических системах, магнетоэлектрических преобразователях, разнообразных сенсорах акустических и тепловых волн и др. Среди материалов для интегрированных сегнетоэлектриков основное место занимают твердые растворы цирконата-титаната свинца (ЦТС), обладающие, с точки зрения практических приложений, лучшими характеристиками. Керамические твердые растворы цирконата-титаната свинца в области морфотропной фазовой границы (МФГ) характеризуются экстремально высокими электромеханическими и пьезоэлектрическими параметрами и являются основными материалами современной пьезотехники.

Прогресс в создании и эффективном использовании тонкопленочных сегнетоэлектриков на основе ЦТС во многом зависит от уровня понимания процессов, лежащих в основе формирования микроструктуры этих материалов. Актуальными и значимыми являются исследования взаимосвязи микроструктуры и полярных свойств тонких сегнетоэлектрических пленок цирконата-титаната свинца, отличающихся сферолитовым ростом первоэлементарной фазы.

Отдельной практической значимой задачей является выявление связи микроструктуры и полярных свойств с технологическими параметрами приготовления тонких пленок

ЦТС, что позволяет расширить функциональные возможности исследуемых в работе пленок в качестве элементов микроэлектромеханики.

В связи с вышеизложенным диссертационная работа Старицина М.А. определенно является актуальной как с научной, так и прикладной точек зрения.

**Научная новизна** диссертационной работы состоит в том, что в ней впервые проведено систематическое исследование микроструктуры тонкопленочных сферолитов перовскита с помощью метода электронной дифракции в приближении кубической решетки, обобщены результаты и проведена корреляция с изменением диэлектрической проницаемости пленок и изменением внутренних полей. Кроме того, автором работы сообщается об открытии нового типа сегнетоэлектрической поляризации.

**Обоснованность и достоверность научных положений и выводов** диссертации обеспечивается совокупностью аттестованных методик создания и подготовки объектов исследования, комплексом современных взаимодополняющих экспериментальных методов исследования и корректной интерпретацией данных, представленных во второй главе диссертации. Детальное рассмотрение методов и измерительных методик позволяют понять особенности получения экспериментальных результатов и их анализа. Все вышеизложенное указывает на достоверность данных, представленных в диссертации Старицина М.В. Обоснованность научных положений и выводов исследования подтверждается сопоставлением собственных результатов с данными современных литературных источников.

**Структура и объем диссертации.** Представленная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка условных обозначений, списка основных публикаций автора по теме диссертации и списка используемых литературных источников из 116 наименований. Работа изложена на 121 странице, включает 79 рисунков и 1 таблицу.

Во **введении** дано общее описание работы, обоснованы ее актуальность и целесообразность, научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, сформулированы цель и задачи работы, а также выносимые на защиту научные положения.

Глава 1 посвящена анализу научной литературы по вопросам физических свойств, фазового состояния, процессам формирования структуры тонких пленок цирконата-

титаната свинца и описанию сфер их практического применения. В заключении первой главы определена проблематика настоящего исследования.

В главе 2 представлены способы формирования тонкопленочных структур ЦТС и методы экспериментального структурного исследования: метод рентгеноструктурного анализа; ряд методик растровой электронной микроскопии; комплекс методов атомно-силовой микроскопии, включающих силовую микроскопию пьезоэлектрического отклика и Кельвин-зонд микроскопию. Необходимо отдельно отметить использованный в работе метод дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ), позволяющий определять микроструктуру и микротекстуру, ориентации кристаллитов, а в комбинации с анализом химического состава и идентификацию фаз. Измерения диэлектрических параметров проведены с применением модифицированной установки Сойера-Тауэра и аппаратно-программного комплекса на базе измерителя имmittанса Е7-20. Выбор экспериментальных методов полностью соответствует поставленным задачам исследования.

В главе 3 приведены результаты комплексного исследования особенностей микроструктуры сплошных и островковых сферолитовых тонких пленок ЦТС, выполнен анализ взаимосвязи с их физическими свойствами. Описаны возможные причины влияния расстояния мишень – подложка при напылении сферолитовых тонких пленок ЦТС на их структуру и свойства. Выполнен сравнительный анализ результатов локального структурного анализа ряда образцов сформированных при разных расстояниях мишень-подложка и на разных подложках. Описана и охарактеризована кристаллографическая структура первовскитовых сферолитов. На поверхности тонкой пленки ЦТС на платинированной ситалловой подложке обнаружены и охарактеризованы аномальные картины электронного канализования. Продемонстрирована возможность наблюдения кристаллографических плоскостей и ориентировок путем интерпретации взаимного расположения полос на аномальных картинах электронного канализования.

Глава 4 содержит результаты исследования пьезоэлектрических и диэлектрических свойств сферолитовых тонких пленок ЦТС. Приведены и проанализированы экспериментальные данные. Сделан обоснованный вывод о том, что наличие усадочных напряжений в тонких пленках ЦТС обуславливает специфику роста фазы первовскита и приводит к изменению ориентации векторов самополяризации.

В Заключении сформулированы основные выводы и результаты работы.

**По тексту диссертационной работы имеются следующие замечания и вопросы:**

в начале главы 3.1 (стр.62) упоминается об измерении химического элементного состава методом рентгеноспектрального микроанализа, однако в методической части диссертации отсутствует какое-либо освещение этого метода;

на рисунке 3.1 не отражена погрешность измерения;

вызывает вопросы интерпретация рис. 3.8 (стр. 69). На рисунке отражены несколько профилей изменения угла. Как следует из описания, профили «m1» и «m2» отражают постепенное накопление угла отклонения кристаллической решетки относительно начальной точки. Таким образом, скачки вверх на этих кривых означают резкое увеличение угла отклонения ориентации, а вниз – возвращение ориентировки ближе к положению характерному для начальной точки. Как в этом контексте понимать ход кривой «m3»?

На аномальных картинах электронного каналирования (рисунки 3.19, 3.22, 3.24) видны дополнительные пары плоскостей, которые не могут принадлежать решетке с кубической сингонией. Об этом ничего не сказано в работе.

В качестве рекомендации Старицину М.В. предлагается разрешить сложную для всех исследователей-микроскопистов проблему погрешности измерения элементного состава тонких пленок, в частности, вопроса погрешности измерения составов тонких пленок ЦТС, трудность которого обусловлена наложением характеристических рентгеновских линий циркония (материал пленки) и платины (материала подложки) при проведении энергодисперсионного анализа.

Отмеченные недостатки не являются принципиальными для общей положительной оценки и не снижают общего уровня представленной диссертационной работы.

Автореферат соответствует предъявляемым требованиям и правильно отражает содержание диссертации

Диссертация Старицина М.В. является законченной научно-исследовательской работой, выполненной на современном уровне. Достоверность результатов и обоснованность выводов не вызывают сомнений. Основные результаты диссертации представлены в 7 публикациях в рецензируемых журналах, входящих в базы данных

Web of Science и Scopus и включенных в перечень ведущих периодических изданий ВАК.

На основании анализа работы можно заключить, что по актуальности, научной новизне и практической значимости диссертация М.В. Старицына «Микроструктура и полярные свойства сферолитовых тонких пленок цирконата-титаната свинца» удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям в «Положении о присуждении ученых степеней», утвержденном Постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г. (пп. 9-14), а ее автор, Старицын Михаил Владимирович, заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

#### **Официальный оппонент:**

Кандидат физико-математических наук по специальности 1.3.8 – физика конденсированного состояния, доцент, доцент кафедры прикладной физики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственный университет»  
Тел.: +79065548849 e-mail: [Ivanova.AI@tversu.ru](mailto:Ivanova.AI@tversu.ru)

Иванова Александра Ивановна Иванова  
22.11.2024 г.

#### **Контактные данные:**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тверской государственный университет»  
170100, Тверская область, г. Тверь, ул. Желябова, д.33  
Тел. +7 (4822) 32-15-50  
E-mail: [rector@tversu.ru](mailto:rector@tversu.ru)  
Web-сайт: <https://tversu.ru>

Подпись доцента кафедры прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» Ивановой А.И. заверяю



Проректор по НИД  
Зиновьев А.В.