

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по научной и  
инновационной деятельности ФГАОУ ВО  
Санкт-Петербургский государственный  
электротехнический университет «ЛЭТИ»  
им. В.И. Ульянова (Ленина)

А. А. Семенов

« 28 » ноября 2024 г.



### ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)» на диссертацию Старицына Михаила Владимировича «Микроструктура и полярные свойства сферолитовых тонких пленок цирконата-титаната свинца», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 - физика конденсированного состояния

#### Актуальность темы

Одним из самых распространенных и эффективных материалов современной пьезотехники являются твердые растворы цирконата-титаната свинца (ЦТС). Область практического использования тонкопленочных сегнетоэлектрических структур ЦТС постоянно расширяется, распространяясь на сверхвысокочастотную электронику, инфракрасную технику, фотонику, магнитоэлектрические преобразователи, микронакопители энергии, и многие другие приложения. Однако, одной из актуальных проблем, стоящих на пути дальнейшего использования тонких плёнок ЦТС во все более компактных устройствах является трудность воспроизводимости физических свойств сегнетоэлектрических структур. Решение этих проблем связано с необходимостью изучения процессов осаждения и формирования однофазных перовскитовых сегнетоэлектрических слоев, выявлением связи микроструктуры и физических свойств полученных пленок.

Тема диссертационной работы М.В. Старицына, целью которой являлось установление взаимосвязи технологических условий формирования, структуры и электрофизических свойств тонкопленочных структур на основе цирконата-титаната свинца (ЦТС) на подложках, имеющих практическое значение, является **бесспорно актуальной** как с научной, так и с прикладной точек зрения.

## Структура работы

Диссертационная работа по **структуре и содержанию** отвечает требованиям, предъявляемым ВАК к научно-квалификационным работам на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка использованных источников и списка публикаций по теме диссертации. Работа содержит 121 страниц основного текста, 79 рисунков, 1 таблицу, список использованных источников из 116 наименований.

Во введении дано общее описание работы, обоснована актуальность, теоретическая и практическая значимость, сформулирована новизна, приведены выносимые на защиту научные положения.

В главе 1 приведены литературные данные касающиеся получения тонких пленок ЦТС с составами, соответствующими области МФГ, их структуры и электрофизических свойств. Большое внимание уделено особенностям кристаллизации из аморфной фазы сферолитовой, в том числе, радиально-лучистой микроструктуры.

В главе 2 приведен способ формирования объектов исследования, приведены и подробно разобраны использованные в ходе исследования экспериментальные методы, такие как методы рентгеновской дифракции, метод растровой электронной микроскопии, комплекс методов атомно-силовой микроскопии, включающий силовую микроскопию пьезоотклика и кельвин-зонд микроскопию. В главе описана технология изготовления локальных аналитических сечений приповерхностной области сфокусированным ионным пучком. Подробное освещение получил метод дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ), который позволяет получать локальную информацию о распределении кристаллографических фаз и ориентаций.

В главе 3 приведены результаты комплексного исследования особенностей микроструктуры сплошных и островковых сферолитовых тонких пленок ЦТС. В приближении деформированной псевдокубической решетки разрешена кристаллографическая структура сферолитов перовскита, показано, что в радиальных направлениях, от центра к периферии, их кристаллическая решетка характеризуется монотонным изгибом. Предложена модель, описывающая такую решетку. Выполнен анализ связи параметров сферолитовой структуры с условиями получения пленок, предложены механизмы способные объяснить эту связь. На пленках, полученных при разных расстояниях мишень-подложка, осуществлена серия экспериментов, проанализирована и охарактеризована разница кристаллографической структуры перовскита. При анализе аномальных картин электронного каналирования, продемонстрирована возможность определения локальных кристаллографических ориентировок сферолита по электронному изображению.

Глава 4 описывает результаты исследования диэлектрических и пьезоэлектрических свойств блочных тонких пленок ЦТС, приготовленных на

кремниевых подложках при разных расстояниях мишень-подложка. Полученные экспериментальные данные систематизированы и приведены в соответствие данными структурного анализа. Выявленные корреляции объяснены влиянием усадочных механических напряжений на распределение зарядов, вызывающее переориентацию сегнетоэлектрической поляризации в направлениях, ориентированных в плоскости тонкой пленки. Результатом исследования островковых пленок стал вывод о формировании в них радиально-ориентированной латеральной самополяризации.

#### **Научная новизна исследования**

Выполненные экспериментальные исследования позволили автору получить ряд новых результатов, среди которых можно отметить следующие:

1. Экспериментально установлены условия образования радиально-лучистых сферолитовых микроструктур.

2. Впервые сферолитовые структуры фазы перовскита цирконата-титаната свинца исследованы методом дифракции обратно рассеянных электронов в приближении деформированной псевдокубической решетки.

3. Установлена взаимосвязь радиальных градиентов разворота кристаллической решетки перовскита и незамкнутых большеугловых границ; для описания разворота в радиальных направлениях предложена модель, учитывающая влияние механических напряжений, возникающих в процессе кристаллизации фазы перовскита.

4. В островковых пленках ЦТС обнаружен эффект латеральной радиально-ориентированной самополяризации.

#### **Практическая значимость работы**

Практическая значимость результатов исследования обусловлена развитием представлений о микроструктуре тонких пленок ЦТС и ее связи с полярными свойствами, выявлением роли механических напряжений, возникающих в результате фазовых трансформаций; возможностью использования тонких пленок ЦТС, характеризующихся латеральной самополяризацией, при создании перспективных материалов и устройств функциональной электроники, а именно в качестве функциональных элементов микроэлектромеханики, таких как сенсоры и резонаторы, а также устройств на поверхностных акустических волнах.

**Достоверность** результатов и **научная обоснованность** выводов, представленных в диссертации, основывается на использовании современного оборудования и методов анализа и обработки данных, воспроизводимостью результатов и их хорошим соответствием с литературными данными.

**Достоверность научных положений** обеспечивается комплексным характером исследования, обоснованностью использованных методик и апробацией результатов исследования в опубликованных научных статьях. Основные результаты исследования докладывались на 8 всероссийских и международных конференциях. По теме диссертации опубликовано 7 работ в научных журналах, рекомендованных ВАК, из них 5 статей - в международных журналах, индексируемых базами Web of Science и/или Scopus.

### **Замечания по диссертационной работе:**

В качестве замечаний по работе необходимо отметить следующее:

- 1) Первое защищаемое положение сформулировано неудачно. Без погружения в контекст обосновывающих его доводов, оно вызывает недоумение. Складывается впечатление, что автор пытается вынести на защиту факт возникновения структуры перовскита при отжиге пленок ЦТС.
- 2) Во втором защищаемом положении написано, что радиальный разворот решетки (перовскита) является следствием «механических напряжений в плоскости подложки». Из контекста же ясно, что допущена опечатка, а речь идет о напряжениях в плоскости пленки.
- 3) В методической части работы не раскрыты методы контроля соответствия состава тонких пленок ЦТС морфотропной фазовой границе.
- 4) В главе 2 весьма подробно описаны структурные исследовательские методики, электрофизические же методики получили куда более скромное описание.
- 5) В качестве одной из задач работы названо исследование микроструктуры методом атомно-силовой микроскопии, однако соответствующие результаты в работе отсутствуют.
- 6) Текст диссертации содержит опечатки и помарки, в частности:  
Стр. 29. На рисунке 1.12 е) и з) не приведены масштабные маркеры.  
Стр. 93. В описании к рис. 4.5 дважды упоминается левый столбец.  
Стр. 96. В описании к рисунку 4.8 фигурирует аббревиатура ГВН, что очевидно является опечаткой.  
Стр. 100. На рисунке 4.10 один фрагмент значительно меньше остальных. Также, в результате опечатки, в подписях к шкалам некорректно отражены единицы измерения.  
Стр. 104. На рисунке 4.13 для обозначения пленки в поперечном сечении применена аббревиатура «ЦТ», а сама схема создает искаженное представление о пропорциях диаметра и толщины островков перовскитовой фазы в изучаемых тонких пленках ЦТС.
- 7) В работе допущены стилистические огрехи и неточности. Например, при описании результатов силовой микроскопии пьезоотклика (стр. 92, 94, 98 и 99) написано, что профили распределения сигналов получены вдоль «сечений», а из описания эксперимента ясно, что эксперимент проведен вдоль основной поверхности пленки. Принимая во внимание рассмотренные в главе 3 результаты исследования пленок в поперечном сечении, не понятно, что автор понимает под термином «сечение» при описании результатов силовой микроскопии пьезоотклика.

Отмеченные недостатки и замечания в целом не влияют на положительную оценку диссертационной работы, представляющую собой законченную научно-квалификационную работу, выполненную на актуальную тему. Диссертация логично построена, ее структура и содержание соответствуют цели и задачам исследования. Автореферат и опубликованные работы отражают содержание диссертации.

### Заклучение по работе

Диссертация Старицына Михаила Владимировича «Микроструктура и полярные свойства сферолитовых тонких пленок цирконата-титаната свинца» соответствует критериям пп. 9–14 Положения о присуждении ученых степеней (утв. Постановлением Правительства № 842 от 24.09.2013 г.), ее автор Старицын Михаил Владимирович заслуживает присуждения искомой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа Старицына М.В. была заслушана и обсуждена на заседании кафедры физической электроники и технологии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)» 25 ноября 2024 г. (протокол № 11).

На заседании присутствовало 17 человек из 19 сотрудников кафедры. Результаты голосования по проекту отзыва: «за» - 17, «против» - 0, «воздержалось» - 0.

Отзыв подготовил профессор кафедры физической электроники и технологии СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

д.т.н., доцент

Тумаркин Андрей Вилевич

Заведующий кафедрой физической электроники и технологии СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

к.ф.-м.н., доцент

Никитин Андрей Александрович

Ученый секретарь кафедры физической электроники и технологии СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

к.ф.-м.н., доцент

Медведева Наталья Юрьевна

Адрес федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)»: 197022, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, дом 5, литера Ф.

Тел.: +7 812 234-99-83

e-mail: avtumarkin@etu.ru



ЗАВЕРЯЮ:  
М.В. СОКОЛОВА  
2024