

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Ушакова Андрея Дмитриевича «Исследование эволюции доменной структуры при переключении поляризации кристаллов семейства многоосного релаксорного сегнетоэлектрика магнониобата-титаната свинца», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Работа Ушакова Андрея Дмитриевича посвящена изучению кинетики доменной структуры при переключении поляризации в кристаллах релаксорного сегнетоэлектрика магнониобата-титаната свинца, представляющего значительный интерес для ученых и инженеров: данный материал демонстрирует чрезвычайно высокие пьезоэлектрические, электрооптические свойства, что делает его потенциальным кандидатом для целого ряда технологий в области детектирования механических и тепловых воздействий, приведения в действие различных устройств, что и обеспечивает **актуальность** данной работы.

**Структура и содержание работы.** Диссертационная работа изложена на 124 страницах и состоит из введения, 6 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка использованных источников, насчитывающего 174 публикации. Общие выводы и перспективы дальнейшей разработки темы представлены в заключении. Диссертация написана строгим научным языком, материал изложен чётко и последовательно, логично структурирован.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, показана научная новизна и практическая значимость результатов, сформулированы цель работы и положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлены основные свойства пьезоэлектриков, сегнетоэлектриков и релаксорных сегнетоэлектриков, описаны различные типы доменных структур и стенок многоосных сегнетоэлектриков. Приведены

основные физические параметры исследуемого материала – магнониобата-титаната свинца. Отмечено, что ранее не проводились *insitu* исследования эволюции доменной структуры при переключении поляризации.

Вторая глава является методической и содержит параметры исследуемых образцов, описание экспериментальных установок и методик. Приведены параметры исследованных образцов монокристаллов PMN-PT и PIN-PMN-PT. Описаны методики исследования эволюции доменной структуры с помощью оптической микроскопии во время переключения, визуализации доменной структуры на поверхности кристалла с помощью сканирующей зондовой микроскопии в режиме пьезоэлектрического отклика.

Третья глава посвящена исследованию особенностей переключения поляризации и кинетики доменной структуры в пластинах PMN-PT, находящихся в тетрагональной фазе при комнатной температуре и вырезанных перпендикулярно  $[001]$  направлению. Выявлены три конкурирующих процесса эволюции доменной структуры: образование и рост макроскопических  $a$ -доменов; образование доменных структур с нейтральными и заряженными доменными стенками на пересечениях  $a$ -доменов; образование и рост  $c$ -доменов неправильной формы. За счёт сопоставления формы тока переключения и наблюдаемых оптически особенностей эволюции доменной структуры выявлено, что основной пик тока переключения обусловлен ростом  $c$ -доменовпоказало. Показано увеличение диэлектрической проницаемости образца на два порядка за счёт увеличения доли заряженных доменных стенок.

Четвертая глава посвящена исследованию особенностей переключения поляризации и кинетики доменной структуры в пластинах PMN-PT, находящихся в ромбоэдрической фазе при комнатной температуре и вырезанных перпендикулярно  $[111]$  направлению. Выделены стадии эволюции доменной структуры при переключении поляризации. Наблюдалось частичное обратное переключение после выключения поля, что объяснено условиями

переключения в зажатом объёме. Выявлено аномальное изменение диэлектрической проницаемости и наличие «тройной» петли диэлектрического гистерезиса при нагреве поляризованного образца в диапазоне температур от 100 до 120°C, обусловленное переходом от макродоменной структуры к микродоменной.

Пятая глава посвящена исследованию особенностей переключения поляризации и кинетики доменной структуры в пластинах PIN-PMN-PT, находящихся в ромбоэдрической фазе при комнатной температуре и вырезанных перпендикулярно [001] направлению. Показано, что в переключении поляризации участвуют два типа доменной структуры: линзообразные домены, рост которых соответствует 71-градусному переключению, и замороженные домены, обладающие заряженными доменными стенками. Показано, что увеличение пьезоэлектрического коэффициента при переключении поляризации в монокристаллах PIN-PMN-PT ромбоэдрической фазы, переменным полем, приложенным вдоль [001], обусловлено уменьшением доли замороженной доменной структуры за счёт циклического 71-градусного переключения. Показано, что замороженная доменная структура уменьшает пьезоэлектрический коэффициент, и была отнесена к нежелательной для пьезоэлектрического применения.

Шестая глава посвящена исследованию особенностей переключения поляризации и кинетики доменной структуры в пластинах PMN-PT, находящихся в ромбоэдрической фазе при комнатной температуре и вырезанных перпендикулярно [001] направлению. Выявлены особенности исходной доменной структуры, корреляция рельефа с доменной структурой. Анализ формы тока переключения с использованием модифицированного подхода Колмогорова-Аврами позволил выявить изменение размерности роста доменов, обусловленное переключением в конечном объёме, а также активационную полевую зависимость характерных времён переключения.

В заключении перечислены основные результаты, полученные в работе, а также рассмотрены перспективы дальнейшей разработки темы.

**Научная новизна** диссертационной работы состоит в использовании комбинированной методики *in situ* оптической визуализации и регистрации тока переключения для кристаллов семейства PMN-PT. В работе впервые показано, что увеличение пьезоэлектрического коэффициента при переключении поляризации переменным полем, приложенным вдоль [001] направления в кристаллах семейства PMN-PT в ромбоэдрической фазе, обусловлено постепенным уменьшением доли замороженной доменной структуры при многократном 71 градусном переключении.

**Практическая значимость** этого исследования заключается в достижении рекордного на данный момент значения пьезоэлектрического коэффициента для кристаллов PIN-PMN-PT ромбоэдрической фазы в результате переключения поляризации переменным полем ( $d_{33} = 2830 \pm 30$  пм/В). Этого выдающегося результата удалось добиться за счет постепенного уменьшения доли замороженной доменной структуры при многократном 71-градусном переключении.

**Обоснованность и достоверность** полученных в работе результатов основана на использовании современных методик и оборудования, применении современных и независимых методов обработки экспериментальных данных.

По диссертационной работе Ушакова А. Д. имеются следующие **замечания**:

1. В литературном обзоре (с. 27) написано, что "Обычные СЭ показывают резкий скачок  $P_s$  при ФП I рода, т. к. выше  $T_C$  полярных областей не существует". На самом деле, выше  $T_C$  отсутствует макроскопическая поляризация, а полярные микро- и нанообласти существуют вплоть до очень высоких температур, в том числе и в классическом "обычном" сегнетоэлектрике  $BaTiO_3$ , о чем свидетельствуют многочисленные экспериментальные данные,

полученные разными научными группами (см., например, G. R. Fox, et al, Mater. Lett. 1990, 9, 284; E. Dul'kin, et al, Appl. Phys. Lett. 2010, 97, 032903; A. M. Pugachev et al, Phys. Rev. Lett. 2012, 108, 247601).

2. В работе исследуются монокристаллы твердых растворов, а для таких кристаллов, как правило, характерно неравномерное распределение компонентов по объему образца во время роста. Однако в работе эта проблема не затрагивается, определен лишь усредненный состав кристаллов, по температурной зависимости диэлектрической проницаемости. Вместе с тем, исследуемые кристаллы относятся к морфотропной области и даже незначительные локальные отклонения от среднего состава могут привести к образованию включений тетрагональной фазы в ромбоэдрических кристаллах или ромбоэдрической фазы в тетрагональных, что может повлиять на однородность доменной структуры, форму доменных стенок, образование заряженных доменных границ, а также на характеристики процессов переключения поляризации.

3. Диссертация написана хорошим языком, однако встречаются неудачные формулировки. Например, на с.30 написано "... было обнаружено, что PMN-PT принял ромбоэдрическую (*3m*) сегнетоэлектрическую фазу и, как следствие, стал пьезоэлектрическим".

4. Список литературы оформлен не единообразно, лишь часть ссылок дана в соответствии с ГОСТом.

Указанные недостатки не являются принципиальными и не снижают ценности проделанной автором работы

Автореферат и публикации диссертанта полностью соответствуют содержанию диссертации и отражают полученные в работе результаты.

### **Заключение по диссертации.**

Диссертационная работа Ушакова А. Д., выполненная под научным руководством доктора физико-математических наук профессора Шура

Владимира Яковлевича, представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, в которой проведено экспериментальное исследование кинетики доменной структуры при переключении поляризации в монокристаллах семейства магнониобата-титаната свинца.

Содержание диссертации соответствует паспорту научной специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Работа отвечает критериям пункта 9 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Ушаков Андрей Дмитриевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Раевский Игорь Павлович,

доктор физико-математических наук, профессор,

заведующий лабораторией мультиферроиков Научно-исследовательского института физики Федерального государственного автономного

образовательного учреждения высшего образования "Южный федеральный университет",

Адрес: 344090, Ростов-на-Дону, пр. Стачки, 194

Телефон: +7 (863) 243-36-76

Адрес электронной почты: [ipraevskiy@sfedu.ru](mailto:ipraevskiy@sfedu.ru)

12.11.2021

Подпись Раевского И.П. удостоверяю

Директор НИИ физики ЮФУ

