

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по науке и инновациям
ИИТУ «МПСИ»

М.Р. Филонов

11 сентября 2016 года

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Симагиной Лилии Викторовны на тему **«Динамика доменов, созданных в кристаллах твердых растворов ниобата бария-стронция в поле зонда СЗМ»**, представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.18 – кристаллография, физика кристаллов.

Диссертационная работа Симагиной Л.В. посвящена исследованию сегнетоэлектрических свойств кристаллов ниобата бария-стронция (SBN) под действием поля сканирующего зондового микроскопа, созданию субмикро- и микродоменных доменных структур в данном материале и изучению генерации второй гармоники (ГВГ) на сформированных доменных ансамблях. Создание регулярных доменных структур в сегнетоэлектриках вызывает значительный практический интерес в связи с перспективностью использования нелинейных фотонных кристаллов для квазисинхронного преобразования лазерного излучения. Для реализации управляемой записи мелкомасштабных доменных структур в сегнетоэлектрических кристаллах и осуществления прецизионного изучения их свойств автором был использован один из наиболее востребованных в настоящее время инструментов доменной инженерии – комплекс методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). С целью создания стабильных регулярных доменных структур (РДС) заданной конфигурации в сегнетоэлектриках с применением СЗМ в диссертационной работе автором решалась задача исследования проблемы процессов поляризации в кристаллах SBN,

принадлежащему к малоизученному в настоящее время классу релаксорных сегнетоэлектриков, в условиях пространственно неоднородного поля зонда. Сформированные методом СЗМ-литографии планарные доменные ансамбли в SBN были впервые успешно апробированы в работе на способность к ГВГ лазерного излучения. Таким образом, полученные в диссертации результаты, проиллюстрировавшие возможности СЗМ как для определения закономерностей роста и динамики доменов в релаксорных сегнетоэлектриках, так для разработки устройств на основе РДС для целей нелинейной оптики, несомненно подтверждают ее актуальность и практическую значимость.

Научная новизна работы определяется, прежде всего, широким набором полученных впервые данных об особенностях локального переключения полярных срезов твердых растворов SBN различного состава, позволивших установить условия доменообразования и специфику динамики неравновесных доменов в релаксорных системах во времени и с применением внешних воздействий (температурного отжига, освещения УФ-излучением). Автором был проведен комплексный анализ специфики его поляризации на основе сопоставления результатов изучения переключения в поле СЗМ-зонда и в однородном макроскопическом поле. С помощью выполненного исследования локальных сегнетоэлектрических свойств SBN автором была реализована запись устойчивой РДС СЗМ-методом с учетом подавления нежелательных процессов расплывания доменов, перекрытия доменных границ и эффекта обратного переключения, проявляющихся при формировании таких структур традиционным полевым методом. С применением метода нелинейной дифракции в геометрии на отражение в работе была исследована ГВГ на записанной структуре. Несмотря на то, что исследуемая доменная структура была планарной, т.е. модуляция знака квадратичной восприимчивости была проведена в тонком слое вблизи поверхности кристалла, было впервые показано, что такая структура обнаруживает способность к нелинейному преобразованию лазерного излучения в режиме квазисинхронизма.

Представленная диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и библиографии. Во введении приводится обоснование целей и задач исследований, проводимых в работе, отмечается актуальность выбранной тематики работы, научная новизна и практическая значимость полученных результатов, формулируются положения, выносимые на защиту, и дается информация об апробации работы и личном вкладе автора.

В главе 1 проводится детальный обзор литературы по современным исследованиям сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN, отражающим особенности их

поляризации на макроскопическом уровне, по вопросам переключения кристаллов сегнетоэлектриков на микроуровне и возможностям группы методов СЗМ для их изучения, а также излагаются основные принципы нелинейного преобразования излучения на РДС сегнетоэлектриков. В обзоре отмечается, что характеристики разрастания доменов, создаваемых в сегнетоэлектриках СЗМ-методом, в значительной степени определяются неоднородностью распределения поля под зондом, а также свойствами переключаемого материала. Информация о локальном переключении релаксорного сегнетоэлектрика SBN представлена в литературе недостаточно полно, в связи с чем проведение контролируемой записи микродоменов в нем требует дальнейшего изучения его поляризации в поле СЗМ-зонда. В целом обзор в достаточной мере отражает степень разработанности темы исследований, которой посвящена данная диссертация.

В главе 2 приведено описание экспериментальных методик, используемых в работе для осуществления локальной переполаризации образцов (СЗМ-литография), для визуализации доменной структуры полярного среза сегнетоэлектриков на субмикроскопическом уровне и изучения локального переключения (PFM-метод (вертикальный режим)), для исследования поляризации сегнетоэлектриков на макроуровне (компенсационная электрометрическая методика) и для исследования РДС на способность к ГВГ в режиме QPM в неколлинеарной геометрии (метод нелинейной дифракции). Данная глава отражает используемый автором комплексный подход к исследованиям сегнетоэлектрических свойств и доменной структуры изучаемых кристаллов и высокий методический уровень проводимых экспериментов.

В главе 3 приводятся результаты исследования локального переключения полярного среза SBN различных составов методом СЗМ с целью определения закономерностей доменообразования в SBN как релаксорном сегнетоэлектрике. Автором проводится многократная запись доменов в кристаллах SBN различного состава в поле СЗМ-зонда и анализируется ее кинетика, а также измеряются локальные петли пьезоэлектрического гистерезиса. Наряду с данными исследованиями, проводимыми на субмикроскопическом уровне, автором изучаются процессы поляризации в однородном макроскопическом поле, и на основе полученных данных проводится сопоставление динамики доменов под действием поля СЗМ-зонда с процессами поляризации SBN, наблюдаемыми на макроуровне. Выявленные особенности процессов переключения SBN обсуждаются на языке пиннинга доменных стенок на случайных внутренних полях, распределенных в объеме релаксора, при переориентации поляризации. Полученные результаты дополняют имеющуюся в литературе информацию о создании доменов в SBN

в неоднородном поле СЗМ-зонда и расширяют представления о переключении релаксоров в целом.

Глава 4 посвящена изучению вопросов устойчивости доменных структур в SBN, записываемых СЗМ-методом, в том числе к применению внешних воздействий. В данном разделе приводятся результаты визуализации процессов распада доменных структур различной конфигурации в SBN и анализируется их кинетика. Впервые автором обсуждаются факторы, определяющие стабильность записываемых в SBN неравновесных доменов (а именно: геометрия доменов, проводимость кристалла). Кроме того, в данной главе анализируется динамика доменов в условиях температурного отжига. Автором обнаружены особенности сегнетоэлектрической памяти кристалла при отжиге выше температуры фазового перехода, обусловленные, по-видимому, существованием в данной температурной области полярных нанокластеров, характерных для релаксорных сегнетоэлектриков. Полученные результаты представляются полезными как с практической точки зрения – для создания устройств на основе доменных ансамблей, так и для понимания динамики доменов в релаксорах.

В **главе 5** представлены результаты наблюдений квазисинхронного преобразования излучения Ti-сапфирового лазера во ВГ на приповерхностных микроскопических полосчатых структурах, состоящих из антипараллельных доменов, созданных автором в кристалле SBN СЗМ-методом. В диссертации предложен и успешно использован метод нелинейной дифракции в геометрии на отражение для тестирования планарной микродоменной решетки, записанной в полидоменном кристалле, на предмет способности к ГВГ. Впервые в представленной работе было показано, что с помощью, созданной в поле СЗМ-зонда тонкой периодически поляризованной структуры в сегнетоэлектрике достигается квазисинхронное преобразование лазерного излучения во вторую гармонику. Данное наблюдение открывает широкие перспективы для исследования преобразования оптического излучения в нелинейных фотонных кристаллах, создаваемых СЗМ-методом на базе SBN.

В заключении диссертации сформулированы общие **выводы**, отражающие наиболее важные результаты работы в целом. В качестве новых и наиболее интересных результатов работы можно отметить следующие:

1. С использованием полученных автором данных о локальном переключении в поле СЗМ-зонда в работе реализована запись регулярных микродоменных решеток на поверхности сегнетоэлектрического кристалла с использованием стандартных СЗМ-потенциалов, проявляющих довольно высокую временную и температурную устойчивость. В работе впервые продемонстрировано, что такие планарные структуры

проявляют себя как нелинейные дифракционные решетки, способные к квазисинхронному преобразованию частоты лазерного излучения.

2. С помощью применения комплексного подхода к решению актуальной проблемы сегнетоэлектрического переключения в SBN как релаксорном сегнетоэлектрике с использованием микро- и макроскопических методов была выявлена специфика поляризации его кристаллов, проявляющаяся в виде низкочастотной дисперсии коэрцитивных полей, особенностях обратного переключения и характера кинетики латерального разрастания доменов, подобного переключению SBN в макроскопическом поле.

3. Проанализированы факторы, определяющие характеристики долговременной релаксации доменных ансамблей в SBN. Автором впервые показано, что величина протяженности доменных границ в расчете на площадь доменного ансамбля, а также величина проводимости кристаллов SBN, изменяемая путем легирования или фотовозбуждения, существенно влияет на кинетику распада неравновесных доменов в данном материале.

Практическая значимость представленной диссертационной работы заключается, прежде всего, в наглядной иллюстрации ГВГ Ti-сапфирового лазера, т.е. лазера с излучением в области ≤ 0.9 мкм, на сформированной методом СЗМ периодической структуре в сегнетоэлектрике, что является особенно актуальным для задач современной фотоники. В работе продемонстрированы возможности метода СЗМ для реализации управляемой записи периодически поляризованных структур с заданными параметрами для целей нелинейной оптики. В работе показана перспективность кристаллов SBN в качестве модельной системы для создания мелкомасштабных регулярных доменных структур, предназначенных для нелинейного преобразования оптического излучения. Кроме того, в работе получены результаты, доказывающие применимость предложенного автором метода нелинейной дифракции в геометрии на отражение для исследования планарных нелинейно-оптических систем.

Достоверность результатов диссертационной работы подтверждается применением автором современного оборудования, большим объемом и согласованием экспериментальных данных, полученных с использованием разных методик, а также широким представлением полученных результатов на многочисленных научных конференциях. Качество полученных результатов также подтверждено их публикациями в высокорейтинговых рецензируемых отечественных и международных научных журналах, входящих в список ВАК.

Представленная диссертационная работа выполнена на высоком экспериментальном уровне. Тем не менее, в качестве замечаний к ней можно указать следующее:

1. Диссертация выиграла бы, если бы в ней наряду с исследованиями температурной и временной устойчивости записываемых СЗМ-методом доменных структур было проведено исследование зависимости интенсивности второй гармоники от времени хранения доменной структуры или температуры, что представляется важным аспектом их практического использования.
2. Исследование перестройки неравновесных доменов в условиях фотовозбуждения проводимости при освещении кристалла УФ-излучением можно было бы дополнить изучением кинетики релаксации доменов заведомо различной глубины. Так предположение о зависимости устойчивости доменов от соотношения их глубины и длины экранирования Дебая выглядело бы более обоснованным.
3. В качестве недостатка работы следует также указать отсутствие данных об однородности исследуемых образцов по структуре и фазовому составу.

Отмеченные замечания не умаляют научной и практической значимости полученных результатов и не снижают общей положительной оценки работы. Материал диссертации изложен грамотно, четко и логично. Диссертация представляет собой самостоятельно выполненную, цельную и завершенную научно-исследовательскую работу по актуальной тематике, в которой с использованием нескольких современных экспериментальных методик и глубокого анализа полученных результатов на основе теоретических представлений решена практическая задача квазисинхронного преобразования частоты лазера в сегнетоэлектрическом кристалле. Автореферат диссертации дает достаточно полное представление о проведенных автором исследованиях и полученных результатах.

По актуальности темы исследования, научной новизне, практической значимости и достоверности полученных результатов представленная диссертационная работа удовлетворяет требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, а ее автор, Симагина Лилия Викторовна, заслуживает присуждения степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.18 – кристаллография, физика кристаллов.

Диссертационная работа Симагиной Л.В «Динамика доменов, созданных в кристаллах твердых растворов ниобата бария-стронция в поле зонда СЗМ», заслушана и обсуждена на заседании семинара кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ «МИСиС». Отзыв на диссертацию и автореферат обсужден и утверждён на заседании кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ «МИСиС» «13» сентября 2016 года, протокол № 07/16.

Отзыв подготовили:

Доцент кафедры МПид
к.ф.-м.н., доцент
(malinkovich@yandex.ru)
Доцент кафедры МПид
к.ф.-м.н., доцент
(vvantip@yandex.ru)

М.Д. Малинкович

В.В. Антипов

Заместитель заведующего кафедрой
материаловедения полупроводников
и диэлектриков НИТУ «МИСиС»
к.ф.-м.н.

Д.А. Подгорный

119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, НИТУ «МИСиС»,
кафедра материаловедения полупроводников и диэлектриков
Телефон: 8 (495)2360512
Электронная почта: dim_pod@mail.ru

14.09.2016

