

## **ОТЗЫВ**

официального оппонента на диссертационную работу  
Савельева Евгения Дмитриевича

**«Формирование регулярной доменной структуры и преобразование  
длины волны в ниобате лития, модифицированном методом протонного  
обмена»,**

представленную на соискание ученой степени кандидата физико-  
математических наук по специальности 1.3.8. – физика конденсированного  
состояния

### **Актуальность темы диссертации**

Диссертация Савельева Е.Д. посвящена актуальным проблемам физики сегнетоэлектриков. Исследование эволюции доменной структуры сегнетоэлектриков является важной фундаментальной задачей физики конденсированного состояния. Понимание влияния градиента состава на процессы переключения поляризации сегнетоэлектриков открывает новые возможности в области доменной инженерии. Исследование влияния дополнительного диэлектрического слоя, затрудняющего процессы экранирования, на эволюцию доменной структуры дает более полное представление о кинетике неравновесных процессов. С прикладной точки зрения проведенное исследование представляет значительный интерес для развития методов создания регулярных доменных структур в интегрально-оптических устройствах. Таким образом, диссертационная работа Савельева Е.Д. является актуальной как с практической, так и с фундаментальной точки зрения.

Работа представляет собой систематическое экспериментальное исследование.

### **Структура и основное содержание работы**

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы. Список

литературы из 175 наименований достаточен для получения представления о состоянии исследований в области диссертационной работы и вкладе автора в развитие этих исследований. Общие выводы и перспективы дальнейшей разработки темы представлены в заключении.

Во введении сформулированы цели и задачи диссертационной работы, обоснована актуальность темы, выбранной для исследования, научная новизна работы и ее практическая значимость, а также сформулированы положения, выносимые на защиту.

В первой главе дан обзор литературы по основным проблемам, затронутым в диссертации. В ней кратко представлена информация об основных физических свойствах кристаллов ниобата лития, современные представления о процессах переключения поляризации в сегнетоэлектриках, кинетике доменной структуры и методах ее визуализации. Рассмотрены основные методы создания оптических волноводов в монокристаллах ниобата лития.

Вторая глава является методической, в ней приведены основные характеристики исследуемых образцов, а также описано используемое экспериментальное оборудование и методики измерений.

Третья глава посвящена исследованию процессов переключения поляризации однородным электрическим полем, приложенным к монокристаллам ниобата лития, модифицированных методом мягкого протонного обмена. В главе представлены результаты изучения образования и роста ориентированных полосовых доменов в аномально слабых полях. Показано, что эволюция доменной структуры при росте полосовых доменов может быть описана в рамках модифицированной модели Колмогорова-Аврами с учетом изменения модели роста. Продемонстрирована методика создания квазипериодических доменных структур. Продемонстрировано влияние на пороговые поля градиента концентрации протонов в приповерхностном слое кристалла. Установлено, что пороговое поле линейно зависит от градиента протонов, а градиент протонов возрастает с увеличением длительности отжига.

Четвертая глава посвящена исследованию процесса переключения

поляризации с помощью проводящего зонда сканирующего силового микроскопа в монокристаллах ниобата лития, модифицированных методом мягкого протонного обмена. При исследовании локального переключения был выявлен ряд закономерностей: (1) переключение поляризации наблюдается только в образцах с длительностью протонного обмена не менее 48 часов, (2) предложен механизм для объяснения зависимости от напряжения эффективного радиуса домена, (3) показано, что логарифмическая зависимость эффективного радиуса домена от длительности импульса становится линейной при длительностях импульса более 10 секунд. Методом линейного сканирования продемонстрирована зависимость созданных периодических доменных структур, которые сохраняют стабильность в течение 90 минут. Разработана методика создания регулярных доменных структур с периодом 500 нм с помощью сканирования проводящим зондом силового зондового микроскопа при повышенной температуре.

В пятой главе представлены результаты изучения генерации второй гармоники в монокристаллах ниобата лития, легированного магнием, с периодической доменной структурой, созданной облучением сфокусированным электронным пучком. Измерена зависимость эффективности генерации второй гармоники от длины волны. Зависимость эффективности от положения пучка накачки позволила продемонстрировать хорошее качество периодической доменной структуры в объеме кристалла.

В заключении диссертационной работы представлены основные результаты и сформулированы выводы.

**Научная новизна результатов диссертационной работы Савельева Е.Д. состоит в следующем:**

1. Изучен эффект формирования и анизотропного роста полосовых доменов на полярной поверхности одноосного сегнетоэлектрика с модифицированным поверхностным слоем в однородном электрическом поле.
2. Изучен эффект аномального уменьшения пороговых полей формирования и роста полосовых доменов на полярной поверхности одноосного сегнетоэлектрика с модифицированным поверхностным слоем, вызванный

наличием градиента состава.

3. Продемонстрировано формирование квазипериодических полосовых доменных структур, растущих от плоской доменной стенки в модифицированных монокристаллах одноосного сегнетоэлектрика.

### **Достоверность результатов и обоснованность выводов**

Вынесенные на защиту научные положения достаточно обоснованы, их достоверность подтверждается публикациями в рецензируемых научных журналах, входящих в списки Web of Science и Scopus и определенных Перечнем ВАК РФ. Экспериментальные данные согласованы между собой и не противоречат общепризнанным физическим моделям. Полученные автором результаты являются новыми и имеют большое значение для физики конденсированного состояния и ее приложений. Представленные выводы логичны и адекватны.

### **Практическая значимость полученных результатов**

Результаты работы Савельева Е.Д. имеют практическое значение. (1) Выявленное влияние на пороговые поля градиента состава, зависящего от длительности протонного обмена, позволяет изменять пороговые поля в широких пределах. Создание регулярных доменных структур в волноводах открывает возможности для создания устройств, преобразующих длину волны в интегрально-оптических схемах. Создание регулярных доменных структур с субмикронным периодом позволит использовать оптические схемы с генерацией обратной волны.

### **Замечания по диссертационной работе**

1. Предложенная автором модель протонного обмена изложена недостаточно подробно. Обозначения, используемые в уравнениях (3.8) не разъяснены. Параметры  $u$  и  $C_k$  в уравнении (3.9) не участвуют. Формально уравнение записано для протонов, а где аналогичные соотношения для лития и вакансий? В пояснениях к уравнению (3.9) пропущено слово «типа», а затем «данного». Судя по данному пояснению, здесь должно было быть какое-то общее уравнение для лития, протонов и вакансий, но его нет. Далее появляется обычное

уравнение переноса (3.10), которое гарантировано дает кривую, изображенную на Рисунке 3.16, непонятно что здесь нового. Необходимо отметить, что данная модель не учитывает состояние поверхности протонируемого материала, не учитывается распределение водорода не только по ОН-группам, но и по междоузлиям. Непонятно зачем эта модель для теории и практики, тем более что она дает заметно более тонкий протонированный слой, чем тот, что получает автор в своем натурном эксперименте, результаты которого представлены на Рисунке 3.13.

2. В работе отсутствуют хотя бы приближенные расчетные оценки величины связанного внутреннего поля для конкретных условий протонного обмена, реализуемого автором, на основе анализа зарядового перераспределения в тонком протонированном слое при наличии, установленного автором, градиента концентрации водорода. Если бы такая оценка была сделана, стало бы ясно достаточны ли наблюдаемые градиенты концентрации протонов для реализации предложенного автором механизма появления и развития доменной структуры. Не анализируется так же, как распространяется влияние этого тонкого слоя с градиентным составом на процессы прорастания доменов на глубины значительно большие толщины этого протонообменного слоя.
3. Не обсуждается физический механизм формирования доменной структуры сфокусированным электронным пучком.
4. На Рисунке 3.6 представлен Фурье-образ изображения, не понятно как осуществлялось Фурье-преобразование, и какая именно функция подвергалась данному преобразованию. Автором не указано, как и на каких пределах осуществлялся ввод информационного поля анализируемой функции в программу по ее преобразованию. Результатом данного исследования является вывод о трехосности процесса формирования доменной структуры, но это и так видно на полученных автором оптических изображениях.
5. Не понятно научное и практическое значение кривых, представленных на Рисунке 3.7, так как далее по тексту работы полученные результаты никак не обсуждаются. В пояснениях к рисунку указывается, что кривые, представленные на нем, рассчитаны по формулам 1 и 4,

совершенно очевидно, что имеются в виду формулы (3.1) и (3.4), при этом не понятен смысл параметра  $A$  в формуле (3.4). Автор использует достаточно сложные аппроксимационные выражения для описания полученных им соотношений, очевидно, что подобную аппроксимацию подбором различных функций можно сделать бесконечным числом способов, поэтому возникает сомнение в научной и практической значимости соотношений (3.1) и (3.4).

6. На стр. 78 предполагается, что связанное внутреннее поле пропорционально градиенту концентрации протонов и уравнение (3.7) соответственно линейно. Но как отмечалось выше, у автора отсутствует конкретная модель расчета связанного внутреннего поля – см. замечание №2, поэтому данное предположение необоснованно. Автор пытается доказать эту линейность, ссылаясь на рисунок 3.15б, но там представлена зависимость связанного поля от длительности протонного обмена. Зависимость от градиента концентрации представлена на Рисунке 3.15в, но значения градиента здесь не соответствуют величине данного параметра на Рисунке 3.14, а именно:  $0.42 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.14 и примерно  $0.38 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.15в для 12 часов протонного обмена;  $0.43 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.14 и соответственно  $0.45 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.15в для 24 часов протонного обмена;  $0.47 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.14 и  $0.65 \text{ мкм}^{-1}$  на Рисунке 3.15в для 36 часов протонного обмена. Для 12 и 24 часов протонного обмена расхождения результатов на Рисунках 3.14 и 3.15 можно было бы списать с некоторой натяжкой на погрешности построения, но в случае 36 часов протонного обмена эти расхождения составляют 38%. Такие различия в одних и тех же экспериментальных данных, представленных диссертантом на различных рисунках одной работы, вызывает сомнения в достоверности данных результатов и в обоснованности допущений по уравнению (3.7). Также непонятно на чем основано предположение, что переключение происходит под действием поля, которое является суммой только приложенного поля и связанного поля. Почему исключается существование других компонентов внутреннего поля при таком сложном процессе как протонный обмен с целым рядом структурно-зарядовых перемещений?

7. Работа крайне неряшливо оформлена, имеются многочисленные опечатки. Так, например, в пояснениях к Рисунку 4.2 нет описания для Рисунка 4.2б, Рисунка 4.2в, Рисунка 4.2г, а пояснения к Рисунку 4.2а являются общей информацией ко всему Рисунку 4.2 и никак не вяжутся с общим смыслом данного графического изображения. Отсутствие ряда важных пояснений к формулам было отмечено выше. Встречаются и стилевые погрешности – см. последний абзац стр. 77 «Видно, что с ростом длительности протонного обмена увеличивается уменьшение величины пороговых полей...». Формулы являются полноценным элементом текста, поэтому грамматические правила расстановки знаков препинания полностью распространяются и на них. У диссертанта знаки препинания при формулах отсутствуют вообще.

Многие замечания оппонента возникли в силу не очень удачных попыток диссертанта искусственно «математизировать» свою чисто экспериментальную работу. Но они не затрагивают добротные экспериментальные результаты автора. В этом смысле, экспериментальная работа, содержащая принципиально новые результаты, самодостаточна без совершенно лишних математических обработок, которые не имеют научной и практической ценности.

Несмотря на отдельные расхождения экспериментальных данных, представленных в диссертации, положения, выносимые на защиту, вполне обоснованы, все позиции научной новизны доказаны, работа имеет несомненное научное и практическое значение. Работа Савельева Е.Д. выполнена на высоком научном уровне с использованием ряда современных методов, содержит оригинальные и достоверные научные результаты.

Полученные Савельевым Е.Д. научные результаты соответствуют поставленным целям и задачам. Содержание автореферата соответствует содержанию диссертации.

### **Заключение (выводы о работе)**

Диссертационная работа Савельева Е.Д. «Формирование регулярной доменной структуры и преобразование длины волны в ниобате лития, модифицированном методом протонного обмена», выполненная под научным

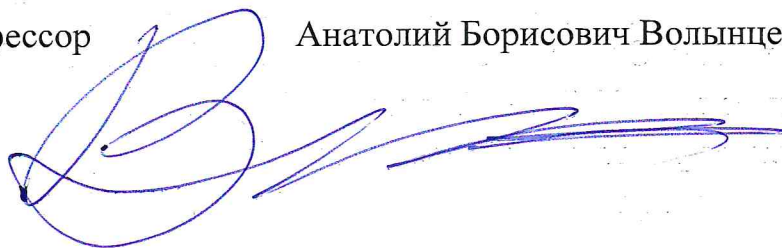
руководством доктора физико-математических наук профессора Шура Владимира Яковлевича, представляет собой завершённую научно-квалификационную работу.

Диссертационная работа Савельева Е.Д. полностью удовлетворяет требованиям положения «О присуждении научных степеней» утверждённым правительством РФ от 24.09.2013 N 842 (ред. от 18.03.2023) "О порядке присуждения ученых степеней", а ее автор Савельева Евгений Дмитриевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидат физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент,  
Заведующий кафедрой нанотехнологий и  
микросистемной техники  
ФГАОУ ВО «Пермский государственный  
национальный исследовательский  
университет»,

Доктор физ.-мат. наук, профессор

Анатолий Борисович Волынцев



«09» октября 2023 г.

Почтовый адрес: 614990, Пермь, ул. Букирева, 15

Тел.: +7-908-271-70-38

E-mail: nmt@psu.ru



Подпись А.Б. Волынцев

Ученый секретарь  
Е.Б. Дмитриев

С отзывом ознакомлен  
12.10.2023  
С/Л Волынцев Е.Д.



## Сведения об официальном оппоненте

ФИО: Волынцев Анатолий Борисович

Ученая степень: Доктор физико-математических наук 01.04.07 Физика конденсированного состояния

Полное наименование организации: ФГАОУ ВО «Пермский государственный национальный исследовательский университет», физический факультет

Веб-сайт организации: <http://www.psu.ru/>

Должность: Заведующий кафедрой нанотехнологий и микросистемной техники

Почтовый адрес: 614990, Пермь, ул. Букирева, 15

Телефон: 8-908-271-70-38

Электронная почта: [nmt@psu.ru](mailto:nmt@psu.ru)

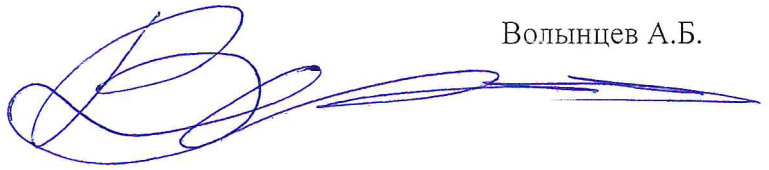
### Публикации в сфере исследований, которым посвящена диссертация:

1. 1. Sosunov A. Effect of pre-annealing of lithium niobate on the structure and optical characteristics of proton-exchanged waveguides / A. Sosunov, R. Ponomarev, O. Semenova, I. Petukhov, A. Volyntsev. // *Optical Materials*. – 2019. – Vol. 88. – P. 176-180. DOI: /10.1016/j.optmat.2018.11.018
2. Mushinsky S. S. Structural phase transitions during annealing of proton-exchanged layers in X-cut and Z-cut lithium niobate / S. S. Mushinsky, I. V. Petukhov, M. A. Permyakova, V. I. Kichigin, L. N. Malinina, A. B. Volyntsev // *Ferroelectrics*. – 2019. – Vol. 541. – P. 105-114. DOI: /10.1080/00150193.2019.1574651
3. Mushinsky S. S. Influence of surface treatment on the structure and properties of proton-exchanged waveguides in lithium niobate / S. S. Mushinsky, I. V. Petukhov, V. I. Kichigin, O. R. Semenova, A. B. Volyntsev // *Ferroelectrics*. – 2020. – Vol. 560. – P. 13-20. DOI: /10.1080/00150193.2020.1722877
4. Sosunov A. V. Effect of the structure of the lithium niobate surface layer on the characteristics of optical waveguides / A. V. Sosunov, R. S. Ponomarev, S. S. Mushinsky, A. B. Volyntsev, A. A. Mololkin, V. Maléjacq // *Crystallography Reports*. – 2020. – Vol. 65. – №5. – P. 786-791. DOI: 10.1134/S1063774520050223
5. Азанова И.С. Влияние напряженно-деформированного состояния оптического волокна на радиационно-наведенное затухание после воздействия импульсного гамма-излучения / И.С. Азанова, Ю.О. Шаронова, Е.А. Поспелова, Е.А. Ладыжец, А.Б. Волынцев, А.В. Филиппов // *Фотон-экспресс*. – 2021. – №6(174). – С. 26-27.
6. Азанова И. С. Исследование радиационного отклика оптического волокна при воздействии импульсного ионизирующего излучения / И. С. Азанова, Ю. О. Шаронова, Е. А. Поспелова, Д. В. Хисамов, А. Б. Волынцев, А. В. Филиппов, И. В. Петухов // *Вестник Пермского университета. Серия: Физика*. – 2022. – №. 4. – С. 52-69.
7. Kozlov, A.A. Reactive ion etching of X-Cut LiNbO<sub>3</sub> in an ICP/TCP system for the fabrication of an optical ridge waveguide / A.A. Kozlov, D. N. Moskalev, U.O. Salgaeva, A.A. Bulatova, V.V. Krishtop, A V. Syuy, A. B. Volyntsev // *Applied Sciences*. – 2023. – Vol. 13. – №4. – P. 2097. DOI: /10.3390/app13042097

8. Ovchinnikov K.A. A prototype for a passive resonant interferometric fiber optic gyroscope with a  $3 \times 3$  directional coupler / K.A. Ovchinnikov, D.G. Gilev, V.V. Krishtop, A.B. Volyntsev, V.A. Maximenko, A.A. Garkushin, Y.V. Filatov, A.S. Kukaev, A.A. Sevryugin, E.V. Shalymov, A.V. Venediktova, V.Y. Venediktov // Sensors. – 2023. – Vol. 23. – №3. – P. 1319. DOI: /10.3390/s23031319

Официальный оппонент

Волынцев А.Б.



Подпись А.Б. Волынцев удостоверяю

Учёный секретарь

