

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу КАЛУГИНОЙ Ольги Николаевны «Исследование тепловых характеристик диэлектрических материалов методом тепловой волны», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Воздействие оптического и инфракрасного излучения на вещество имеет дополнительный эффект – нагрев поверхности с дальнейшим распространением температурной волны вглубь материала. Классическая теория теплопроводности рассматривает твердое тело как некую однородную среду имеющую макроскопические размеры. За пределами ее применимости оказываются, в частности, вопросы, связанные с распространением температурных волн в слоистых структурах, слои которых имеют различные теплофизические характеристики, и в системах со структурными дефектами.

Актуальность исследования в данном направлении обусловлена тенденциями развития микро- и наносистемной техники, т.е. миниатюризацией датчиков, увеличивающимся разнообразием применений тонкопленочных покрытий и многослойных структур. Работа любого технического устройства происходит в нестационарных термодинамических условиях. При периодическом нагреве поверхности твердого тела, существенную роль играет глубина проникновения теплового потока (или температурной волны) в вещество, независимая от природы нагрева поверхности – внешнее электромагнитное излучение (оптическое, инфракрасное) или непосредственный контакт с нагреваемым телом (в стационарном или динамическом режимах).

Диссертационная работа Калугиной О.Н. посвящена установлению закономерностей прохождения температурной волны через слоистые структуры и разработке нового подхода к определению тепловых характеристик материалов на основе пирозлектрических измерений.

Достоверность результатов диссертации обеспечивается корректной постановкой исследовательских задач; применением современных методов регистрации и обработки экспериментальных результатов; апробацией на международных и всероссийских конференциях; публикациях в рецензируемых изданиях.

Представленная диссертационная работа состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы из 140 наименований, работа изложена на 112 страницах основного текста и содержит 49 рисунков и 2 таблицы.

*Во введении* дана общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, определена цель исследований, поставлены задачи работы. Показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов. Сформулированы основные научные положения, выносимые на защиту.

*Первая глава* посвящена обзору литературы и постановке задачи исследований. Рассмотрены математические подходы и физические аспекты решения уравнения теплопроводности. Подробно рассмотрены работы, посвященные существующим в настоящее время методам исследования коэффициента температуропроводности. Описано получение и физические свойства пленок на основе керамики цирконата–титаната свинца, исследуемых в диссертации. На основе анализа литературных данных сформулирована постановка задачи исследований.

*Вторая глава* посвящена описанию методики и постановке эксперимента, подробно изложены развиваемые автором методы обработки и анализа результатов. Проведено сравнение двух подходов к исследованию пироэлектрического эффекта динамическим методом: 1) LIM-метод (Laser Intensity Modulation Method), в основе которого лежит анализ частотных зависимостей пиротока с использованием синусоидальной модуляции теплового потока и 2) TSW метод (Thermal Square Wave Method at single-frequency) в основу которого положен анализ временной зависимости пироотклика в условиях прямоугольной модуляции теплового потока. Стоит отметить, что данный метод разработан в ТвГУ в 2006 году и развивается в настоящей работе. Приводится подробное описание экспериментальной установки и способу фиксации пироотклика. Описан общий подход к расчету формы пироотклика  $I(t)$ , наблюдаемой в динамическом методе исследования пироэффекта при использовании прямоугольной модуляции теплового потока. Поскольку распределение температуры находится из решения уравнения теплопроводности, то особое внимание уделено описанию теплового поля в образце, в котором распространяется температурная волна. Показана зависимость характера распределения температуры в образце от частоты модуляции теплового потока, являющегося источником нагрева его поверхности. На примере эталонного кристалла танталата лития, имеющего однородное распределение поляризации, экспериментально продемонстрирована зависимость формы пироотклика от частоты модуляции теплового потока. Установлено, что в эксперименте прямоугольную форму

имеет пиротклик, наблюдаемый на частотах, соответствующих проникновению температурной волны в образец на глубину менее  $1/3$  его толщины. На основании полученных результатов сделан вывод о том, что, фиксируя форму пиротклика однородно поляризованного образца сегнетоэлектрического материала на разных частотах, можно оценить величину коэффициента тепловой диффузии по формуле:  $\alpha \approx \left(\frac{d}{3}\right)^2 \pi f$ .

Также в работе рассмотрены варианты прохождения тепловой волны в двухслойных системах. 1) Несегнетоэлектрик/сегнетоэлектрик: Наблюдаемая зависимость формы и величины пиротклика от тепловых характеристик материала, расположенного на сегнетоэлектрическом кристалле, позволяет оценить значения его тепловых характеристик, путем сравнения расчетных форм пиротклика с наблюдаемыми в эксперименте. При расчете в данном случае можно варьировать два параметра – значения коэффициентов теплопроводности и температуропроводности. 2) Расчет пиротклика биморфа показал, что «пичёк» (т.е. случай когда направление тока противоположно направлению пиротока основного сигнала), должен иметь место только тогда, когда толщина слоя, со стороны которой происходит воздействие периодически модулированным тепловым потоком, меньше чем  $1/3$  общей толщины образца. Эксперименты, проведенные с образцом пьезоэлектрической керамики ЦТС состоящим из двух одинаковых слоев с противоположным направлением поляризации, показали отсутствие аналогичного «пичка». Полученные результаты свидетельствуют о необходимости учитывать влияние соотношения толщина образца/частота модуляции теплового потока при использовании сегнетоактивных материалов в качестве пиродатчиков.

*В третьей главе* излагаются экспериментальные результаты по определению коэффициента температуропроводности образцов сегнетоэлектрических керамик на основе цирконата титаната свинца различных толщин, изготовленных по разным технологиям. Показана возможность применения пирозлектрического TSW метода к определению тепловых характеристик несегнетоэлектрических материалов.

Согласно проведенным экспериментам по прохождению температурной волны через керамические образцы ЦТС различных толщин, имеет место уменьшение коэффициента температуропроводности от толщины образцов, особенно сильно эта зависимость проявляется в пленочных материалах. Наблюдаемая зависимость имеет экспоненциальный характер.

Обнаруженное уменьшение размера зерен с увеличением толщины образца ЦТС, полученное с помощью растрового электронного микроскопа,

наглядно показывает увеличение площади соприкосновения соседних зерен, и, как следствие, уменьшение воздушных зазоров, что в свою очередь является причиной увеличения теплопроводности, а значит и коэффициента тепловой диффузии. В этом случае величину коэффициента температуропроводности, определяемую методом математического моделирования с использованием классического уравнения теплопроводности, можно считать эффективной величиной, характеризующей распространение тепла в структурно неоднородных средах.

Экспериментальные результаты обобщены в выводах, из которых следует, что все поставленные задачи решены успешно. Работа выполнена на высоком экспериментальном уровне, который определяет достоверность полученных данных.

Среди научных результатов, имеющих важное научное и практическое значение, хотелось бы отметить следующие:

1. На примере анализа форм пироотклика кристалла танталата лития, показана определяющая роль граничных условий, используемых при решении уравнения теплопроводности для температурной волны, распространяющейся в слоистой структуре, и необходимость при их задании учитывать реальные физические условия эксперимента.
2. Экспериментально установлено, что при измерениях в динамическом режиме пироотклик повторяет форму прямоугольных тепловых импульсов, только при условии проникновения температурной волны на глубину не более  $1/3$  толщины образца.
3. Предложена количественная оценка значения коэффициента температуропроводности однородно поляризованного образца сегнетоэлектрического материала по формуле:  $\alpha \approx \left(\frac{d}{3}\right)^2 \pi f$ , где  $f$  – минимальная частота, при которой форма пироотклика при измерениях TSW методом сохраняет прямоугольную форму,  $d$  – толщина образца.
4. Методом математического моделирования показано, что в двухслойной системе несегнетоэлектрик – сегнетоэлектрик форма пироотклика при измерениях TSW методом в начальный момент полупериода определяется толщиной и значением коэффициента температуропроводности несегнетоэлектрического слоя, через который проходит температурная волна. Изменение коэффициента теплопроводности влияет на величину пироотклика, не изменяя его формы. При постоянном отношении толщин слоя и сегнетоэлектрика пироток прямо пропорционален коэффициенту температуропроводности и обратно пропорционален коэффициенту

теплопроводности. При постоянных тепловых характеристиках увеличение толщины слоя приводит к уменьшению амплитуды пиротока и увеличению «скоса» сигнала в начале импульса.

5. Разработан метод оценки значений коэффициента температуропроводности образцов однородно поляризованных сегнетоэлектрических материалов, расположенных на подложке и тепловых характеристик несегнетоэлектрического материала, расположенного на сегнетоэлектрическом кристалле путем сравнения расчетных форм пироотклика с наблюдаемыми в эксперименте TSW методом.
6. Выявлены особенности прохождения температурной волны через двухслойную сегнетоэлектрическую систему с противоположным направлением поляризации в слоях – биморф. Экспериментально и с использованием математического моделирования показано, что нижний слой дает вклад в пироотклик только когда отношение толщины верхнего и нижнего слоев не более чем 1:2.
8. Впервые TSW метод был применен для определения значений коэффициентов температуропроводности и теплопроводности несегнетоэлектрических материалов.

Диссертационная работа Калугиной О.Н. не лишена недочетов:

1. В некоторых случаях подрисуночные подписи оформлены не полностью или некорректно: рис. 2.6, 2.7, 2.14, 2.18, 2.27.
2. Ошибочная размерность коэффициента тепловой диффузии на стр. 75 (рис. 2.22 и соответствующий текст к нему) есть  $[м^2/К]$ , в других случаях  $[м^2/с]$  (стр. 83).
3. В тексте диссертации 3 раза расшифровывается аббревиатура цирконат-титанат свинца (ЦТС), Thermal Square Wave Method at single-frequency – TSW – 4 раза.
4. На рис. 3.12 нет линий в распечатанной версии диссертации (красный цвет) и не указаны единицы размерности  $\alpha$  и  $d$  по осям.
5. Ссылки на литературу [41] и [53], идентичны.
6. Не указаны значения пирокоэффициента сегнетоэлектрических материалов, используемое в расчетах пироотклика по формулам 2.26 и 2.28.
7. В тексте диссертации присутствуют незначительные недочеты в оформлении, орфографические ошибки, английское обозначение

микрометров ( $\mu\text{m}$ ), разделение целой и дробной части «точкой» и «запятой» (см. к примеру подписи к рисункам 3.3 и 3.4).

Тем не менее, отмеченные недостатки не снижают общего высокого уровня представленной диссертационной работы и не относятся к ее научной части, поэтому не являются принципиальными для ее общей положительной оценки.

Основное содержание диссертационной работы опубликовано в 7 статьях во всероссийских и зарубежных реферируемых печатных изданиях, включая 5 статей в журналах из списка ВАК, результаты апробированы на всероссийских и международных конференциях. Автореферат достаточно полно отражает основное содержание диссертации.

По актуальности, научной новизне, объему проведенных исследований и практической значимости диссертационная работа Калугиной О.Н. «Исследование тепловых характеристик диэлектрических материалов методом тепловой волны» отвечает всем требованиям пунктов 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым ВАК к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842), а ее автор Калугина Ольга Николаевна заслуживает присуждения степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

28 апреля 2016 г.

Ph.D., кандидат физ.-мат. наук, старший научный сотрудник кафедры полупроводников и диэлектриков НИТУ «МИСиС»

119049, Москва, Ленинский пр, д. 4

Тел.: +7495-955-0151

E-mail: dm.kiselev@misis.ru

Д.А. Киселев