

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

ЮФУ801.02.05,

созданного на базе Института нанотехнологий, электроники и приборостроения

Южного федерального университета, по диссертации на соискание ученой

степени доктора наук

аттестационное дело № _____,

решение диссертационного

совета от 15 июня 2023 № 8

О присуждении Макарьеву Дмитрию Ивановичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени доктора технических наук.

Диссертация «Разработка физико-технологических основ создания высокоанизотропных пьезоматериалов и материалов для аддитивных технологий на основе сегнетопьезокерамики», представленная на соискание ученой степени доктора технических наук по научной специальности 2.2.3 «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники» принята к защите 10 марта 2023 г. (протокол заседания № 2 от 10 марта 2023 г.) диссертационным советом ЮФУ801.02.05, созданным на базе Института нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета приказом № 235-ОД от 27 сентября 2022 г.

Соискатель **Макарьев** Дмитрий Иванович, 1970 года рождения, в 1993 году окончил обучение на физическом факультете Ростовского государственного университета по специальности «Физика» и в том же году был принят на работу в Научно-исследовательский институт физики Ростовского государственного университета на должность младшего научного сотрудника. В 1999 году окончил очную аспирантуру физического факультета Ростовского государственного университета, а в 2000 году защитил диссертацию на соискание ученой степени кандидата физико-математических

наук по специальности 01.04.07 «Физика конденсированного состояния». С 2018 по 2021 годы обучался в докторантуре Южного федерального университета. В настоящий момент работает в должности старшего научного сотрудника Отделения сегнетопъезоматериалов, приборов и устройств Научно-исследовательского института физики ФГАОУ ВО «Южный федеральный университет».

Диссертация выполнена в Отделении сегнетопъезоматериалов, приборов и устройств и в Отделе интеллектуальных материалов и нанотехнологий Научно-исследовательского института физики ФГАОУ ВО «Южный федеральный университет».

Научный консультант – доктор физико-математических наук, профессор **Резниченко Лариса Андреевна.**

Официальные оппоненты:

Буш Александр Андреевич, доктор технических наук, профессор, МИРЭА – Российский технологический университет, НИИ материалов твердотельной электроники

Малышкина Ольга Витальевна, доктор физико-математических наук, профессор, Тверской государственный университет, кафедра компьютерной безопасности и математических методов управления,

Белов Алексей Николаевич, доктор технических наук, Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», кафедра интегральной электроники и микросистем

дали **положительные отзывы** на диссертацию.

Соискатель имеет 113 опубликованных работ, по теме диссертации – 81 научная работа, из них 18 статей из списка диссертационного совета ЮФУ и научных рецензируемых изданиях, индексируемых в базах данных Scopus, Web of Science и РИНЦ, 7 глав в коллективных монографиях, 1 патент на изобретение и 55 статей и тезисов в трудах международных и всероссийских конференций.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах, виде, авторском вкладе и объеме научных изданий.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Макарьев, Д. И. Возможность создания цифровых пьезоматериалов на основе смесевых композитов «пьезокерамика-полимер» / Д. И. Макарьев, А. Н. Рыбьянец, Г. М. Маяк // Письма в ЖТФ. - 2015. - Т. 41. - Вып. 7. - С. 22-27.

2. Digital Piezomaterial Based on Piezoceramic-Polymer Composite for Ultrasonic Transducers / D. I. Makarev, A. N. Rybyanets // Journal of Nano- and Electronic Physics. - 2016. - V. 8. - I. 4. - P. 04089-1 - 04089-3

3. Frequency Dependence of Electromechanical Properties of Digital Materials Based on Mixed Composites of the "Piezoelectric Ceramic-Polymer" System / D. I. Makarev, I. A. Shvetsov, M. A. Lugovaya [et al.] // Ferroelectrics. - 2020. - V. 561. - N 1. - P. 23-26.

4. Electromechanical properties of multilayer structured composites of ferroelectric ceramics - polymer system / D. I. Makarev, A. N. Reznichenko, A. N. Rybyanets, L. A. Reznichenko // Ferroelectrics. - 2021. - V. 575. - N 1. - P. 33-36.

5. Anisotropy of electromechanical parameters of a single-layer composite of the piezoceramic - polymer system / D. I. Makarev, N. A. Shvetsova, A. N. Reznichenko, M. A. Lugovaya // Ferroelectrics. - 2021. - V. 575. - N 1. - P. 29-32.

На диссертацию и автореферат поступили **девять** отзывов. Отзывы дали:

- Юрасов Ю.И., доктор технических наук, заместитель директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук» (ЮНЦ РАН), отзыв содержит семь замечаний;

- Сысоев И.А., доктор технических наук, директор НОЦ фотовольтаики и нанотехнологии, доцент, отзыв содержит четыре замечания;

- Габриэльян Д.Д., доктор технических наук, профессор, заместитель начальника научно-технического комплекса по науке ФГУП «Ростовский-на

-Дону научно-исследовательский институт радиосвязи»; Звездина М.Ю., доктор физико-математических наук, доцент, ФГУП «Ростовский-на-Дону научно-исследовательский институт радиосвязи», отзыв содержит одно замечание;

- Шаповалов В.Л., доктор технических наук, доцент кафедры «Путь и путевое хозяйство» ФГБОУ ВО РГУПС, отзыв содержит два замечания;

- Муртазаев С.-А.Ю., доктор технических наук, профессор, Грозненский государственный нефтяной технический университет им. акад. М.Д. Миллионщикова, отзыв содержит три замечания,

- Батаев Д.К.-С., доктор технических наук, профессор, директор Комплексного научно-исследовательского института им. Х.И. Ибрагимова Российской академии наук, отзыв содержит три замечания.

- Умхаева З.С., доктор технических наук, профессор, Чеченский государственный университет им. А.А. Кадырова;

- Исаев В.А., доктор физико-математических наук, профессор, Кубанский государственный университет.

- Мануилов Б.Д., доктор технических наук, профессор, заслуженный деятель науки РФ, ФГУП «Ростовский-на-Дону научно-исследовательский институт радиосвязи».

Все отзывы **положительные**, во всех отзывах отмечено, что работа соответствует специальности 2.2.3 «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники».

Критические замечания:

1. В автореферате указано, что продольная точность измерения при ультразвуковом сканировании определяется центральной частотой ультразвукового импульса, но не указано какие факторы влияют на поперечную точность измерения.

2. Автором проведен подробный обзор аддитивных технологий, перспективных для создания функциональных пьезоэлектрических структур. Однако, в работе отсутствуют сведения о методах планарной печати (inkjet, ejet,

аerojet), которые основаны на локализации химических методов осаждения и успешно используются для формирования пьезо- и пьезоэлектрических материалов.

3. Как известно, в силу своей симметрии пьезокерамика обладает тремя пьезомодулями d_{33} , d_{31} и d_{15} . Из этих пьезомодулей можно составить три отношения, а если учесть и обратные, то шесть. Тем не менее, в работе в качестве величины анизотропии рассматривается только одно отношение пьезомодулей d_{33}/d_{31} и не показано, почему остальными отношениями можно пренебречь.

4. По всему тексту работы наблюдается некорректное представление аппроксимационных кривых на графиках. Так, на рисунке 3.10 прямая проведена через две точки. На ряде графиков, достаточно сложные кривые проведены через 3 точки. Кроме того, на графиках отсутствуют доверительные интервалы, что не дает сделать однозначный вывод о воспроизводимости экспериментов.

Выбор официальных оппонентов обосновывается тем, что они являются ведущими специалистами в областях, рассматриваемых в диссертации.

Доктор технических наук Буш Александр Андреевич является специалистом в области получения и исследования свойств активных диэлектриков, физической химии материалов, процессов электронной техники, микро- и нанотехнологии.

Доктор физико-математических наук Малышкина Ольга Витальевна является специалистом в области исследования влияния особенностей структуры и состава материалов на их электрофизические, сегнетоэлектрические и тепловые свойства.

Доктор технических наук Белов Алексей Николаевич является специалистом в области электрохимических процессов в технологии микро- и наноэлектроники, материалов функциональной и органической электроники,

процессов формирования и изучения свойств наноструктур на основе пористых и кристаллических материалов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

определены методы воздействия, способные увеличить анизотропию пьезоэффекта уже известных пьезоматериалов;

разработаны схемы технологических процессов производства пьезоматериалов для аддитивной технологии склеивания порошков на основе пьезокомпозитов системы «пористая сегнетопьезокерамика – полимер» и «пористая сегнетопьезокерамика – полимер – металл»;

получен композитный диэлектрический материал на основе системы «пористая сегнетопьезокерамика - полимер» с управляемой относительной диэлектрической проницаемостью, предназначенный для использования в качестве рабочего материала для аддитивной технологии послойного склеивания порошков.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

Построена математическая модель образования ориентированной анизотропной дефектной подструктуры в материалах на основе титаната свинца. **Предложена** вероятностная модель образования проводящих кластеров в композите системы «пористая сегнетопьезокерамика – полимер – металл»; согласно данной модели при определенных размерах и концентрациях частиц металла возможна ситуация, при которой полимерно-металлическая матрица является проводящей в тонких слоях между частицами сегнетопьезокерамики, но останется диэлектриком.

Применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов)

Установлено:

- возникновение большой анизотропии пьезомодулей d_{33}/d_{31} в сегнетоактивном материале на основе титаната свинца при увеличении напряженности поляризующего поля до $E \geq 6$ кВ/мм связано с образованием дефектной структуры, ориентированной по направлению вектора напряженности поляризующего поля. Такая структура возникает вследствие преимущественного распространения протяженных дефектов от поверхности к центру образцов из данного материала;

- при воздействии многократной циклической переполаризацией наибольшее увеличение анизотропии пьезомодулей d_{33}/d_{31} наблюдается в твердых растворах, составы которых принадлежат морфотропной области вблизи области стабильности ромбоэдрической сегнетоэлектрической фазы;

- в композитах «пористая сегнетопьезокерамика – полимер», состоящих из сегнетопьезокерамических частиц системы ЦТС, помещенных в полимерную матрицу на основе акрила, отсутствие пьезоэлектрических свойств обуславливается наличием полимерных прослоек между сегнетопьезокерамическими частицами. Это связано с большой разностью диэлектрических проницаемостей составляющих данные композиты пьезоактивных частиц и полимера, что приводит к экранированию действующего электрического поля на границах раздела упомянутых компонентов. Устранение данных прослоек приводит к возникновению пьезоэлектрических свойств в композитах «пористая сегнетопьезокерамика – полимер».

Определено, что многократная циклическая переполаризация приводит к увеличению анизотропии пьезомодулей d_{33}/d_{31} сегнетопьезокерамики, обладающей низкой или средней сегнетожесткостью, что связано с возникновением двойниковых (доменных) структур, ориентированных перпендикулярно направлению поля поляризации.

Выявлено, что в смесевых композитах второго порядка системы «пористая сегнетопьезокерамика – полимер» диэлектрическая проницаемость

не является постоянной величиной, характеризующей материал, и зависит от геометрических размеров образцов и характерных размеров частиц пьезоактивного компонента композита.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики

Результаты диссертационной работы **использованы** в научно-технической деятельности следующих предприятий: ООО АМД (Самара), ООО «Вертекс» (Ростов-на-Дону), ООО ЦНТУ «Экоцентр» (Таганрог), Центр перспективных исследований и разработок (Центр ПИР) Южного федерального университета (Ростов-на-Дону), ООО «ГалОмедТех» (Ростов-на-Дону) о чем получены пять актов; **внедрены** в учебные курсы «Физика, химия и технология функциональных материалов» и «Физика интеллектуальных материалов и моделирование экосистем» НИИ физики Южного федерального университета (Ростов-на-Дону), о чем получены два акта; **разработана** схема аддитивного технологического процесса изготовления пьезоэлементов; **получены и исследованы** смесевые композиты «пористая сегнетопьезокерамика – полимер», пьезоактивной частью которых является пористая сегнетопьезокерамика, которая, в свою очередь, является композитом, а также однослойные смесевые композиты системы «пористая сегнетопьезокерамика – полимер», показана возможность их изготовления при помощи аддитивной технологии склеивания порошков; **разработаны** способы:

- а) получения диэлектрического материала на основе композита «сегнетопьезокерамика – полимер» с управляемой относительной диэлектрической проницаемостью, получения пьезоактивного материала на основе смесового композита «пористая сегнетопьезокерамика – полимер – металл»;
- б) получения многослойных композитных материалов с использованием адаптированной аддитивной технологии послойного склеивания порошков с низкими значениями механической добротности и относительного

акустического сопротивления.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

теоретические результаты представленные математической моделью образования ориентированной анизотропной дефектной подструктуры в материалах на основе титаната свинца и вероятностной моделью образования проводящих кластеров в композите системы «пористая сегнетопъезокерамика – полимер – металл», в достаточной степени согласуются с результатами проведенных соискателем экспериментальных исследований;

использована современная аппаратура с характеристиками, позволяющими получать достоверные экспериментальные результаты в необходимом диапазоне значений с высокой точностью;

установлено соответствие между результатами измерения электромеханических характеристик сегнетопъезокерамических и композитных образцов, полученных различными методами.

Личный вклад соискателя. Соискателем были лично: разработана концепция диссертационной работы; определены цели и задачи исследований; отработаны научно-технологические подходы к их решению; проведен комплексный анализ существующих аддитивных технологий с целью отбора и последующей адаптации для производства элементов из активных материалов; разработаны технологические основы методов изготовления пьезокомпозитов системы «пористая сегнетопъезокерамика – полимер» и «пористая сегнетопъезокерамика – полимер – металл»; запланированы необходимые эксперименты; принято участие в изготовлении экспериментальных образцов; получены экспериментальные результаты исследования воздействия циклической переполяризации на анизотропию свойств сегнетопъезокерамик различных составов; автором проведены исследование влияния микротрещин в сегнетопъезокерамическом материале ПКР-70 на его пьезоэлектрическую анизотропию.

Диссертация соответствует п.п. 1 и 2 Паспорта научной специальности

2.2.3. «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники».

На заседании 15 июня 2023 г. диссертационный совет отметил, что рассматриваемая диссертация соответствует критериям раздела 2 «Положения о присуждении ученых степеней в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Южный федеральный университет»», и принял решение присудить Макарьеву Д.И. ученую степень доктора технических наук.

При проведении тайного голосования с использованием информационно-коммуникационных технологий диссертационный совет в количестве 11 человек, из них 5 докторов наук по специальности 2.2.3 «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники», участвовавших в заседании очно, 9 человек, из них 5 докторов наук по специальности 2.2.3 «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники», участвовавших в заседании дистанционно, проголосовали: за 10, против 0, недействительных бюллетеней 1.

Председатель диссертационного совета ЮФУ801.02.05  Петров В.В.

Секретарь диссертационного совета ЮФУ801.02.05  Климин В.С.

