

## ОТЗЫВ

официального оппонента В.М. Левина на диссертационную работу Асафьева Никиты Олеговича «Исследование физико-химических свойств материалов, в том числе, при высоких давлениях и температурах, с помощью СВЧ акустоэлектронных сенсоров на алмазных подложках», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

Диссертационная работа Н.О. Асафьева посвящена созданию новых методов исследования физико-химических свойств материалов с использованием акустических сенсоров на основе гиперзвуковых композитных резонаторов на объёмных акустических волнах с алмазными подложками, а также проведению таких исследований в металлических плёнках и объёмных монокристаллах, в том числе при высоких давлениях и температурах. Диссертация сочетает экспериментальные исследования с теоретическим анализом зависимостей, наблюдаемых при проникновении СВЧ акустического излучения в объём изучаемого объекта. Акустоэлектронные сенсоры позволяют исследовать физические свойства материалов и их изменения при различных условиях, будь то агрессивная среда, высокие давления или температуры. Изучение физико-химических свойств материалов и их трансформаций, используя СВЧ акустические методы – актуальная задача физики твёрдого тела.

Использование композитных ОАВ-резонаторов с алмазной подложкой в качестве основы для сенсора, можно в резонансном режиме достичь высоких операционных частот вплоть до высокого гиперзвукового диапазона. Низкое акустическое затухание в алмазной подложке, связанное с наличием перехода к затуханию по механизму Ландау-Румера в гигагерцовом диапазоне, позволяет получить высокий параметр качества резонатора. В таких резонаторах возникают многие сотни и тысячи гармоник (обертонов) с частотами СВЧ диапазона. Широкая полоса резонансных частот позволяет получать данные о дисперсии характеристик материалов в недоступном ранее частотном диапазоне.

Диссертация состоит из введения, четырёх глав основного текста, заключения со списком основных результатов и выводами, и списка процитированной литературы, состоящего из 168 ссылок.

Во **введении** кратко описывается современное состояние методов СВЧ микроакустики, и исследовательские задачи, решаемые с использованием ультразвукового излучения. Введение включает пункты, характеризующие цель работы, поставленные задачи, научную новизну, научную и практическую значимость работы, список основных положений, выносимых на защиту, а также информацию об апробации работы на конференциях и в печатных работах.

**Первая глава** диссертации содержит обзор основной литературы по теме работы. Дается описание различных акустических методов в исследованиях физических свойств твердых тел. Приводятся общие сведения о наиболее востребованных материалах для акустоэлектроники и обсуждаются критерии их выбора. Рассмотрены типы акустических волн, возбуждаемых в твердых телах и применяемых в акустоэлектронных сенсорах, а также описываются устройства для их возбуждения. Далее идет описание характеристик эффективности акустоэлектронных сенсоров и методик исследований, включая высокие давления. В качестве основной характеристики чувствительности акустоэлектронных резонансных сенсоров используется сдвиг частоты, происходящий в результате анализируемого физико-химического или иного воздействия (давления, температуры, присоединенной массы, состава газов, вязкости жидкостей и др.). Описывается спектр применений различных акустоэлектронных сенсорных устройств.

**Вторая глава** дает информацию о разработке, процессе изготовления и методах характеристики акустоэлектронных устройств на алмазных подложках, создаваемых в рамках данной работы. Кратко дается описание программ, используемых при проектировании мультислойных пьезоэлектрических структур для расчета их геометрии и топологии напыляемых слоев. Результаты расчетов в дальнейшем использовались автором для создания мультислойных структур с выбранной фундаментальной частотой пьезопреобразователя и заданными параметрами объемного резонатора. Приводится описание процессов подготовки подложек с последующей взрывной фотолитографией и нанесение пленок МПС методом магнетронного напыления. Описывается применение методов рентгеновской дифрактометрии и растровой электронной микроскопии для оценки качества получаемых пьезопленок  $Al_{1-x}Sc_xN$ . Описываются методы электрических измерений, использованных в гиперзвуковых многообертоновых резонаторах на объемных акустических волнах.

Особого внимания заслуживает пионерская разработка интегрированной измерительной системы, совмещающей объемный акустический СВЧ резонатор с алмазной наковальней для исследования процессов, идущих в исследуемых материалах в условиях высоких давлений. Малые размеры акустического резонатора позволили разместить его на алмазной наковальне, используемой в качестве подложки в составе резонатора. Обсуждаются возможные измеряемые параметры акустического резонатора – сдвиг резонансной частоты, изменение добротности измеряемых обертонов, величина коэффициента отражения электрического сигнала, характеризующие процессы в образце под действием давления до 30 ГПа.

**Третья глава** посвящена исследованию созданных базовых устройств – многообертонных композитных объемных акустических резонаторов на алмазных подложках для различных диапазонов гиперзвуковых частот. Обосновывается выбор материалов металлических электродов, нитрида алюминия-скандия в качестве пьезоэлектрика и алмаза в качестве подложки. Проводится расчёт эффективности генерации гиперзвукового излучения предлагаемыми мультислойными пьезоэлектрическими структурами и определяются оптимальные полосы частот для работы акустического сенсора на объемных волнах. Проводится анализ акустического согласования слоёв. Показана высокая эффективность применения нитрида алюминия-скандия в качестве пьезоэлектрика для генерации звука вплоть до высоких гиперзвуковых частот. Показано, что у предлагаемых резонаторов сохраняется высокая ( $\sim 10^4$ ) добротность в частотном диапазоне вплоть до 20 ГГц. В работе достигнуты рекордные показатели – композитные резонаторы эффективно возбуждались на частоте 40 ГГц с добротностью  $10^4$  для резонатора размером  $\sim 30$  мкм.

**Четвёртая глава** посвящена применению композитных объемных резонаторов для измерений физических и акустических свойств тонких плёнок и в качестве сенсоров физико-химических воздействий. Исследовалось влияние температуры на работу объемных гиперзвуковых резонаторов. Показано, что при специальном выборе материала для электродов (алюминий) сенсоры сохраняют работоспособность вплоть до высоких температур ( $\sim 600^\circ\text{C}$ ). Важное прикладное значение имеет применение акустических сенсоров в качестве прецизионных весов. В диссертации показано, что при гравиметрическом использовании композитных гиперзвуковых резонаторов на объемных волнах зависимость сдвига частоты резонатора от толщины напылённой плёнки носит сложный характер, обусловленный возможностью переотражений резонирующей волны в самой плёнке. Тем не менее, показано, что минимальная чувствительность такого сенсора по толщине сравнима с атомными размерами. Другим интересным применением композитных гиперзвуковых резонаторов на объемных волнах является измерение акустического затухания в материалах на гиперзвуковых частотах. В работе изучалось акустическое СВЧ затухание в плёнках Mo, нанесенных на внешнюю поверхность алмазной подложки, и в объёмном образце монокристалла катангасита  $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ , который был использован в качестве подложки в составном резонаторе вместо алмаза. Коэффициент затухания в Mo измерен для полосы частот 3 - 19 ГГц, в катангасите – для частот 0.3-6 ГГц. Определялась частотная зависимость акустического затухания; в обоих случаях наблюдалась классическая квадратичная зависимость, свойственная для механизма затухания Ахиезера.

Особый интерес в гл.4 представляют результаты использования композитного резонатора на объемных волнах, интегрированного в камеру высокого давления на алмазных

наковальнях. Тонкопленочный пьезопреобразователь напылялся на внешнюю поверхность верхней наковальни, используемой в качестве подложки объемного акустического преобразователя. В ходе увеличения давления между наковальнями измерялись амплитудно-частотные характеристики резонансных обертонов при фиксированной величине давления. Из полученных данных получался сдвиг резонансных частот обертонов и вариации их добротностей в зависимости от прикладываемого давления. Исследовались процессы структурной релаксации этих изменений при постоянной нагрузке. Этими методами *in situ* изучено влияние давления на структуру и физические свойства различных материалов – металлических образцов W, Zr, Mo и порошка кремния Si. Показано, что методы позволяют фиксировать переход к пластической деформации в металлах и выявлять фазовые переходы в процессе возрастания прилагаемого давления. Показано, что по изменению параметров акустического резонатора возникает возможность достаточно точно определять величину давления, развиваемого между наковальнями при приложении нагрузки. Проведено сравнение результатов такой характеристики с результатами измерения развиваемого давления по рубиновой и алмазной шкале.

В Заключение приведены основные выводы и результаты диссертационной работы.

Таким образом, данная работа позволяет дополнить методологию изучения физико-химических и акустических свойств твёрдых тел новым и эффективным инструментом – СВЧ сенсором на основе композитного гиперзвукового объемного резонатора на алмазной подложке. Такие резонаторы с пьезоэлектриками AlN или AlScN в качестве источника гиперзвука имеют высокие операционные частоты и могут применяться в качестве миниатюрных физико-химических сенсоров, стойких к жёстким условиям окружающей среды, таким как высокие температуры, давление, абразивные и радиационные воздействия. Композитные ОАВ-сенсоры могут использоваться для измерения параметров плёнок вплоть до субнанометровой толщины.

Оценивая работу в целом, можно сказать, что автор показал себя как высококвалифицированный специалист в области физики конденсированного состояния и акустических методов исследования твёрдых тел. Н.О. Асафьевым разработаны и реализованы этапы изготовления композитных акустоэлектронных устройств на алмазных подложках, в т.ч. многообертоновых акустических резонаторов на объемных волнах высокого гигагерцового диапазона. Как особое достижение следует отметить создание резонатора, работающего на частоте 40 ГГц при комнатной температуре с высоким уровнем добротности ( $Q \sim 10\,000$ ). Им разработаны и опробованы методики применения многообертоновых СВЧ акустических резонаторов в качестве сенсоров для измерения и характеристики физико-химических свойств материалов, в т.ч. в условиях высоких давлений

и температур. Разработаны и опробованы акустические методики изучения динамики структурных процессов в материалах при высоких давлениях, основанные на использовании малоразмерного композитного СВЧ резонатора на объемных волнах, интегрированного в камеру высокого давления на алмазных наковальнях. Им получены важные экспериментальные результаты по физико-химическим и акустическим свойствам ряда материалов, в т.ч. данные по величине и частотной зависимости акустического поглощения в гигагерцовом диапазоне. Тем самым, сделан существенный вклад в развитие методик СВЧ акустических измерений физико-химических и акустических свойств твёрдых тел.

В работе используется современное и высокоточное экспериментальное оборудование, исследуемые модели физически и математически обоснованы, имеется достаточно хорошее согласие результатов моделирования с экспериментальными данными. Результаты работы актуальны, имеют как методическое, так и практическое значение в области физической акустики, физического материаловедения и физики твёрдого тела.

Высоко оценивая работу в целом, тем не менее необходимо отметить и ряд недостатков в представленном материале.

1. Практически не обсуждается эквивалентная электрическая схема включения разрабатываемых многообертоновых резонаторов. Нет оценки эффективности резонатора как элемента электрической цепи, соответственно, не обоснован выбор планарных геометрических размеров излучающих элементов.
2. Остается необоснованной экзотической форма акустических излучателей в форме пятиугольников.
3. Важную роль в работе резонаторов играет распространение возбужденного пучка в подложке. Подложки в работе выполнялись из алмаза или катангасита, обладающих заметной упругой анизотропией. В работе отсутствует обсуждение влияния эффектов анизотропии на характер распространения ограниченного пучка в подложке. Речь идет, прежде всего, о расходимости такого пучка за счет различия в направлениях групповой и фазовой скоростей для угловых компонент пучка (эффектов фононной дефокусировки).
4. В диссертационной работе используются термины, которые не являются общеупотребительными (например, ингармоники), либо широко используются в ином смысле (например, КЭМС - коэффициент электромеханической связи. Обычное его употребление – в смысле константа электромеханической связи пьезоэлектрика).
5. Глава I диссертации обычно представляет обзор работ, существовавших в данной области, до начала работы над диссертацией, Диссертант в свой обзор включил также публикации по исследованиям, выполненным уже в ходе работы над диссертацией.

Указанные выше замечания не снижают общего благоприятного впечатления от работы. Диссертационная работа Н.О. Асафьева выполнена на высоком научном уровне и представляет собой завершённое научное исследование. Результаты работы вносят существенный вклад в развитие СВЧ акустических методов в приложении к исследованиям объёмных и плёночных материалов. Объём и научная новизна представленных результатов удовлетворяют требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Основные результаты, полученные в диссертации, опубликованы в 13-ти научных работах, в том числе в 10-ти публикациях в журналах, входящих в список ВАК. Результаты также представлялись на многочисленных научных всероссийских и международных конференциях. Автореферат полностью и правильно отражает содержание диссертационной работы. Содержание диссертации соответствует паспорту научной специальности 1.3.8. (01.04.07) – «Физика конденсированного состояния».

Работа Н.О. Асафьева представляет собой законченное научное исследование и по объёму результатов, достоверности, научной и практической значимости выводов удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ № 842 от 24.09.2013). Её автор Асафьев Н.О. заслуживает присуждения ему искомой ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния».

Официальный оппонент

Заведующий лабораторией акустической микроскопии

Института биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,

кандидат физико-математических наук

В.М. Левин

«11» декабря 2024 г.

Подпись Левина Вадима Моисеевича УДОСТОВЕРЯЮ

Ученый секретарь Института биохимической физики

им. Н.М. Эмануэля РАН,

кандидат биологических наук



С.И. Скалацкая

**Фамилия, имя, отчество оппонента: Левин Вадим Моисеевич**

**Ученая степень: кандидат физико-математических наук**

**Специальность, по которой защищена диссертация оппонента: 01.04.02 –  
Теоретическая физика**

**Рабочий почтовый адрес: ИБХФ им. Н.М. Эмануэля РАН, 119334, г.  
Москва, ул. Косыгина, д. 4**

**Телефон: 8(495)3137816, 89168259924**

**E-mail: levin1943@gmail.com**

**Название организации, где работает оппонент: Институт биохимической  
физики им. Н.М. Эмануэля РАН**

**Ученое звание, шифр специальности: старший научный сотрудник,  
акустика**

**Должность: заведующий лабораторией, ведущий научный сотрудник**

**Название структурного подразделения оппонента: Лаборатория  
акустической микроскопии**