

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ  
И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР  
УНИКАЛЬНОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Бутлерова ул., д. 15, Москва, 117342  
тел.: (495) 333-61-02, факс: (495) 334-75-00,  
E-mail: np@ntcup.ru, www.ntcup.ru  
ОКПО 02698720, ОГРН 1037739516781,  
ИНН/КПП 7728101310/772801001

«УТВЕРЖДАЮ»

Исполняющий обязанности директора,  
Д.Т.Н.,

12.12.2024 № 10343-401-774  
на № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

  
М.С. Афанасьев  
12 декабря 2024 г.

**ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**  
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 на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук  
по специальности 1.3.8 «Физика конденсированного состояния»

**Диссертационная работа** Асафьева Никиты Олеговича на тему «Исследование физико-химических свойств материалов, в том числе, при высоких давлениях и температурах, с помощью СВЧ акустоэлектронных сенсоров на алмазных подложках» общим объёмом 174 страницы, включая 68 рисунков, 13 таблиц и ссылки на 168 источников, посвящена созданию новых акустоэлектронных методов изучения тонких и сверхтонких плёнок и материалов.

**Актуальность темы** диссертационной работы обоснована растущим интересом к изучению физико-химических и акустических свойств материалов в широком частотном спектре при различных типах внешних воздействий, включая высокую температуру и высокое давление. При проведении таких исследований возникает необходимость в новых методах и технических средствах, позволяющих исследовать свойства как малых образцов типа сверхтонких плёнок, так и объёмных монокристаллических

образцов. В качестве объекта исследования в работе выбраны мультислойные пьезоэлектрические структуры (МПС) на подложках с низким акустическим затуханием, на основе которых разрабатывают многие акустоэлектронные устройства, в частности сенсоры и композитные резонаторы на объёмных акустических волнах (ОАВ-резонаторы). В качестве подложки при этом используется алмаз, отличающийся уникальным сочетанием физических свойств, включая малое акустическое затухание в диапазонах СВЧ и КВЧ. В состав МПС входит также тонкоплёночный пьезоэлектрический преобразователь на основе нитрида алюминия-скандия (ASN) с высоким коэффициентом электромеханической связи (КЭМС) и устойчивостью к температурным воздействиям. Выбор этих материалов перспективен с точки зрения разработки СВЧ акустоэлектронных сенсоров, отвечающих поставленным задачам, и создание таких методов исследования свойств материалов актуально с точки зрения физики твёрдого тела.

**Во введении** даётся краткое описание современного состояния методов СВЧ микроакустики. Включены 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.

**В первой главе** диссертации даётся литературный обзор наиболее важных работ по сенсорной акустоэлектронике. Приводится краткая справка о сенсорах различных типов, операционных модах и материалах, используемых при создании таких сенсоров. Также даётся информация об их эффективности в различных условиях и методиках их применения.

**Вторая глава** посвящена разработке и проектированию ОАВ-резонаторов, использованных в работе. Подробно описан цикл подготовки и изготовления композитных ОАВ-резонаторов на алмазной подложке. Приводится описание схемы экспериментов с композитным ОАВ-резонатором в качестве сенсора напыления тонких и сверхтонких плёнок, а также описание его работы как сенсора давления в камере высокого давления на алмазных наковальнях. Применение сенсора данного типа позволило зафиксировать структурные изменения в материалах, вызванные воздействием давления, например фазовые превращения, релаксацию пластических деформаций в ряде металлов и т.д. Описаны калибровка

измерительного устройства, экспериментальная установка и методы СВЧ измерений.

**В третьей главе** проводится анализ различных материалов на предмет их использования в качестве слоев композитного ОАВ-резонатора на алмазной подложке, а также изучается вопрос их акустического согласования. Продемонстрировано, что пьезоэлектрик нитрид алюминия-скандия имеет в несколько раз больший коэффициент электромеханической связи по сравнению с нитридом алюминия. Показано, что уменьшение апертуры резонатора приводит к подъему рабочего диапазона частот. Проведены исследования композитных ОАВ-резонаторов на алмазных подложках в диапазоне КВЧ. Получено возбуждение обертонов при рекордно высоких частотах порядка 40 ГГц при комнатной температуре, при этом добротность составила  $\sim 10\,000$ .

**В четвертой главе** рассмотрено применение ОАВ-резонаторов как сенсоров для исследований физических и химических свойств материалов. Исследовано влияние высоких температур на различные электроды ОАВ-резонатора для создания высокотемпературных сенсоров. Продемонстрировано, что алюминиевые электроды выдерживают воздействие температур до  $500^\circ\text{C}$  без ухудшения сигнала, в то время как резонаторы с платиновыми электродами значительно теряют в добротности уже при  $300^\circ\text{C}$ . Нитрид алюминия-скандия не деградирует даже при  $650^\circ\text{C}$ . Исследование гравиметрических свойств сенсоров на основе композитных ОАВ-резонаторов показало немонотонную зависимость между сдвигом частоты обертонов и толщиной пленки. При этом достигнута минимальная чувствительность к приращению толщины плёнки  $\sim 0,5$  нм для Pt. Показан просветляющий эффект для добротности ОАВ-резонатора при толщинах напылённой плёнки, кратных половине длины акустической волны в материале плёнки. Измерены коэффициенты СВЧ акустического затухания в пленке Mo в диапазоне 3 – 19 ГПа и в объемных монокристаллах катангасита  $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$  в диапазоне 0,3 – 6 ГПа. Показано, что для обоих материалов в указанных диапазонах частот затухание происходит по механизму Ахизера. Описаны исследования влияния высокого давления на различные материалы при помощи камеры высокого давления на алмазных наковальнях со встроенным ОАВ-резонатором. Зафиксированы переходы от упругой к пластической деформациям в W, Zr, Mo. Зафиксирован фазовый переход под

давлением  $\alpha \rightarrow \alpha + \omega$  в Zr, исследованы изменения акустических свойств при этом переходе.

**В Заключение** приведены основные выводы и результаты диссертационной работы.

**Новизна исследования и полученных результатов.** В диссертации Асафьева Н.О. присутствует ряд принципиально новых научных результатов.

Впервые получено возбуждение композитного ОАВ-резонатора в диапазоне частот 0-40 ГГц при комнатной температуре с достижением параметра качества  $f \cdot Q \sim 4 \cdot 10^{14}$  Гц.

Впервые исследована термостойкость ряда материалов (Mo, Al, AlN, Pt), входящих в состав многослойных пьезоэлектрических структур Pt/Al<sub>0,87</sub>Sc<sub>0,13</sub>N/Pt/(100) алмаз и Al/Al<sub>0,8</sub>Sc<sub>0,2</sub>N/Mo/(100) алмаз.

Впервые измерены коэффициенты акустического затухания в плёнке Mo и в монокристаллах катангасита в СВЧ диапазоне (до 20 ГГц.)

Создана измерительная система с интеграцией композитного ОАВ-резонатора в камеру высокого давления на алмазных наковальнях вплоть до 30 ГПа. В этой камере с помощью композитного ОАВ-резонатора зафиксированы переходы к пластической деформации в Mo, Zr, W и фазовый переход в Zr под давлением.

**Степень обоснованности и достоверности сформулированных положений.** Достоверность выносимых на защиту положений и представленных результатов обеспечивается применением надёжных методов исследования, а также воспроизводимостью результатов. Результаты исследований докладывались на российских и международных конференциях, а основные результаты диссертации опубликованы в ведущих научных журналах, входящих в список ВАК и в системы цитирования WoS и Scopus.

**Научная и практическая значимость работы.** Данная работа позволяет расширить методологию изучения физико-химических и акустических свойств твёрдых тел. Базовое устройство сенсора – композитный ОАВ-резонатор на алмазной подложке – обладает рядом преимуществ перед другими типами акустоэлектронных сенсоров: стойкость к агрессивным условиям окружающей среды, таким как высокие температуры, давление,

абразивные и радиационные воздействия; возможность очистки и многоразового использования; высокие рабочие частоты, что в резонансных системах даёт высокую чувствительность. Пьезоэлектрическая плёнка нитрида алюминия-скандия имеет КЭМС выше, чем плёнка из чистого нитрид алюминия и сохраняет функциональные свойства после отжига при 650 °С в течение часа. Разработанные сенсоры применены для измерения параметров тонких и сверхтонких плёнок. Сенсор давления, созданный путём интеграции композитного ОАВ-резонатора в камеру высокого давления на алмазных наковальнях, позволяет исследовать различные твёрдые тела в СВЧ диапазоне, а также измерять давление с точностью выше, чем известный метод комбинационного рассеяния света для алмаза. Получен патент РФ №2 723 956. СВЧ акустический масс-сенсор.

**Соответствие работы требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.** Диссертация соискателя Асафьева Н.О. на тему «Исследование физико-химических свойств материалов, в том числе, при высоких давлениях и температурах, с помощью СВЧ акустоэлектронных сенсоров на алмазных подложках» удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ № 842 от 24.09.2013). Тема и содержание диссертации соответствуют паспорту научной специальности 1.3.8. (01.04.07) – «Физика конденсированного состояния», включающей теоретическое и экспериментальное исследование природы кристаллических и аморфных, неорганических и органических веществ в твёрдом и жидком состояниях и изменение их физических свойств при различных внешних воздействиях:

1) Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств неорганических и органических соединений как в кристаллическом (моно- и поликристаллы), так и в аморфном состоянии, в том числе композитов и гетероструктур, в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления (п. 1);

2) Теоретическое и экспериментальное изучение свойств конденсированных веществ в экстремальном состоянии (сильное сжатие, ударные воздействия, сильные магнитные поля, изменение гравитационных полей, низкие и высокие температуры), фазовых переходов в них и их фазовых диаграмм состояния (п. 3).

### **Соответствие содержания автореферата содержанию диссертации.**

Автореферат соответствует требованиям, предусмотренным п. 25 «Положения о присуждении учёных степеней». Его содержание полностью отражает содержание диссертации, полученные результаты и выводы.

По результатам диссертационного исследования опубликовано 12 печатных работ, включая 11 статей в рецензируемых журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ, а также 2 публикации в сборниках трудов конференций и 1 патент. Основные результаты представлены также в виде докладов на 7 международных и российских конференциях.

В работе можно выделить следующие **недостатки**.

1. В диссертации утверждается, что с помощью интегрированной измерительной системы “Камера высокого давления на алмазных наковальнях с композитным ОАВ-резонатором” можно исследовать акустические свойства материалов и фазовый переход к пластической деформации при высоких давлениях. К сожалению, в работе не приведены теоретические оценки, описывающие взаимосвязь изменения частоты с изменением акустических и вязкоупругих свойств образцов с ростом давления.
2. Утверждается, что использование ОАВ-резонатора в камере высокого давления на алмазных наковальнях позволяет измерять давление с точностью выше, чем с помощью широко используемого метода комбинационного рассеяния света в алмазе. Необходимо определить диапазон давлений, в котором это утверждение справедливо, и указать точность таких измерений.
3. В работе утверждается, что достигнутая чувствительность к приращению толщины плёнки платины составляет примерно 0,5 нм. Эта величина близка к разрешению атомно-силового микроскопа по глубине. Поэтому вызывает вопрос точность оценки этой величины.

**Общая оценка работы.** Несмотря на указанные недостатки, диссертационная работа Асафьева Н.О. заслуживает положительной оценки,

её тема и цель актуальны, научные положения, выносимые на публичную защиту, и выводы носят обоснованный характер, сформулированы ясно и аргументированно. Поставленные в работе задачи решены на экспериментальном научном уровне. Цели диссертационного исследования достигнуты. Полученные результаты, без сомнения, обладают научной значимостью и новизной.

Диссертация и автореферат оформлены в соответствии с предъявляемыми требованиями. Стиль изложения материала соответствует научным нормам.

Доклад по материалам диссертационной работы был заслушан и обсуждён на научном семинаре по акустической и оптической спектроскопии 27 ноября 2024 года.

Отзыв подготовлен кандидатом физико-математических наук (специальность 01.04.02 – Теоретическая физика), заведующим лабораторией высокочастотных ультразвуковых методов Научно-технологического центра уникального приборостроения РАН, Зининым Павлом Валентиновичем.

Подпись П.В. Зинина заверяю  
(должность, ФИО)

Зинин П.В.

**Сотрудник ведущей организации, подготовивший отзыв:**

Фамилия, имя, отчество: Зинин Павел Валентинович

Ученая степень: кандидат физико-математических наук

Специальность, по которой защищена диссертация: 03.00.02 – Биофизика

Рабочий почтовый адрес: 117342, Москва, улица Бутлерова, 15

Телефон: +7 (495) 334-76-74

E-mail: zinin@ntcup.ru

Название организации: Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН (НТЦ УП РАН)

Ученое звание, шифр специальности:

Должность: Ведущий научный сотрудник

Название структурного подразделения оппонента: Лаборатория  
высокочастотных ультразвуковых методов

**Ведущая организация:**

Название: Научно-технологический центр уникального приборостроения  
РАН (НТЦ УП РАН)

117342, Москва, улица Бутлерова, 15

Телефон: +7 (495) 333-61-02

E-mail: [np@ntcup.ru](mailto:np@ntcup.ru)

Сайт: [ntcup.ru](http://ntcup.ru)

**Список основных публикаций работников по теме диссертации за последние 5 лет:**

1. П.В. Зинин, К.М. Булатов, А.А. Быков, Ю. В. Мантрова, И.Б. Кутуза. «Дистанционное измерение распределения температуры на поверхности твёрдых тел при воздействии мощного лазера в ячейках высокого давления». *Успехи физических наук*. **192**(8) 1-13 (2022).
2. D. Churkin, B.A. Kulnitskiy, P.V. Zinin, V.D. Blank, M.Yu. Popov. "The effect of shear deformation on C-N structure under pressure up to 80 GPa". *NanoMaterials*. **11** 828 (2021).
3. K. M. Bulatov, P.V. Zinin, A.A. Bykov. "Determination of the melting point of solids by the acosto-optical method". *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, **14**( 5), 1092–1096 (2020).
4. M. Popov, V. D. Churkin, B. A. Kulnitskiy, A. N. Kirichenko, K. M. Bulatov, A. A. Bykov, P. V. Zinin, V. Blank. "Transformation of diamond to fullerene-type onions at pressure 70 GPa and temperature 2400 K". *Nanotechnology*. **31** 315602(1-6) (2020). DOI: 10.1088/1361-6528/ab8b8f.
5. С. А. Титов, П. В. Зинин. Формирование ультразвуковых изображений через слои с неизвестными параметрами. *Акустический журнал*. **66** (2) 198-203 (2020). S. A. Titov, P. V. Zinin. "Ultrasound imaging through



layers with unknown parameters". *Acoustical Physics*. **66**(2), 198–203 (2020).

6. M. Bulatov, P.V. Zinin, Y.V. Mantrova, A. A. Bykov, M.I. Gaponov, A. S. Machikhin, I. A. Troyan, I. B. Kutuza. Simultaneous measurements of the two dimensional distribution of infrared laser intensity and temperature in a diamond anvil cell for geophysical applications. *Comptes rendus Geoscience*. **351**(2-3), 286-294 (2019). doi:10.1016/j.crte.2018.06.011.

## КАРТОЧКА ОРГАНИЗАЦИИ

Полное наименование фирмы	ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ НАУЧНОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР УНИКАЛЬНОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Краткое наименование	НТЦ УП РАН
И.о. директора	Афанасьев Михаил Сергеевич
Юридический адрес:	117342, г. Москва, ул. Бутлерова, д. 15
Фактический адрес:	117342, г. Москва, ул. Бутлерова, д. 15
Телефон	8(495)333-61-02
e-mail	np@ntcup.ru
Сайт	ntcup.ru
ИНН	7728101310
КПП	772801001
ОГРН	1037739516781
ОКПО	02698720
ОКТМО	45902000
ОКАТО	45293566000
ОКОПФ	75103
ОКОГУ	1330612
ОКФС	12
ОКВЭД	72.19
Наименование учреждения банка	Банк ГУ БАНКА РОССИИ ПО ЦФО//УФК ПО Г. МОСКВЕ г. Москва
БИК ТОФК	004525988
Казначейский счет (р/с)	03214643000000017300
Единый казначейский счет (кор.счѐт)	40102810545370000003
Получатель	УФК по г.Москве (НТЦ УП РАН л/с 20736486580)

И.о. директора

М.С. Афанасьев

Гл. бухгалтер

Т.В. Шефер

