

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора НИЦ «Курчатовский
институт» – ТИСНУМ



Бланк В.Д.

2025 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Шамсутдиновой Елизаветы Сергеевны на тему
**«Исследование физических свойств жидкостей и их фазовых переходов в
твердое состояние при помощи акустических волн»**,
представленную на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук по специальности
1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

Актуальность темы диссертации

Актуальность исследования взаимодействия акустических волн различных типов с жидкостями определяется растущей потребностью в эффективных методах контроля свойств современных жидких композитных материалов, включая наносuspensions и дисперсные системы на основе полярных и неполярных жидкостей. Традиционные контактные методы измерения их характеристик (электропроводности, вязкости, плотности) часто неприменимы в агрессивных средах или экстремальных условиях эксплуатации.

Акустические методы позволяют осуществлять бесконтактный контроль свойств жидкостей. Изменения физико-механических свойств жидкости приводят к характерным изменениям параметров распространения акустических волн (амплитуды и фазы), что может быть использовано для создания чувствительных датчиков.

Особую важность имеет разработка методов контроля фазовых переходов «жидкость-твердое тело» при понижении температуры, что критически важно для обеспечения безопасной работы технических систем в холодных климатических условиях. Поэтому комплексное исследование взаимодействия акустических волн в пьезоэлектрических пластинах с неполярными средами и фазовыми переходами водных растворов, в том числе, в бесконтактном режиме, является актуальной задачей.

Диссертационная работа Шамсутдиновой Е.С. посвящена исследованию взаимодействия объемных акустических волн и акустических волн в пьезоэлектрических пластинах с вязкими и невязкими неэлектропроводными или электропроводящими жидкостями в температурном диапазоне от -30°C до $+30^{\circ}\text{C}$, включая фазовые переходы жидкостей в твердое состояние. Проведены теоретические и экспериментальные исследования распространения таких волн в

слоистых средах, содержащих жидкие и твердые слои. Предложены соответствующие акустические методы их исследования.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, заключения и списка использованной литературы. Диссертация включает 124 страницы, в том числе 41 рисунок и 12 таблиц. Список литературы содержит 122 наименования.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна и практическая ценность результатов, а также определены научные положения, выносимые на защиту, раскрыта структура и объем диссертации.

В первой главе диссертации проведено исследование акустических и электрофизических свойств жидкостей и суспензий при помощи акустических волн и электрофизического метода. Описан метод определения диэлектрической проницаемости жидкости на основе разработанной упрощенной коаксиальной цилиндрической измерительной ячейки для определения емкости жидкости. Используя акустическую волну с упругой поляризацией в плоскости пластины и минимальной компонентой смещения, нормального к поверхности звукопровода, показана возможность определения только вязкости жидкости без учета ее электропроводных свойств. В этом случае компоненты смещений u_1 и u_2 соответствовали эллиптической поляризации, лежащей в плоскости пластины пьезоэлектрика. Такая волна в ST X-срезе кварца при $h/\lambda = 1,0$ обладала частотой $f = 49,74$ МГц, а в слоистой структуре «ZnO/Si» с параметрами $h(\text{Si}) = 380$, $h(\text{ZnO}) = 6,3$ и $h/\lambda = 1,9$ значение частоты было равным $f = 49,5$ МГц (h – толщина подложки). Проведенные измерения показали, что при добавлении микрочастиц активированного угля в силиконовое масло вязкость получаемой суспензии снижается. Это связано с изменением реологии и микротекучести силиконового масла при добавлении микрочастиц угля. В свою очередь, добавление микрочастиц активированного угля в вазелиновое масло не привело к изменению вязкости. Данный факт объяснен наличием большей связи между молекулами для вазелинового масла, чем для силиконового масла.

На следующем этапе была исследована возможность определения электропроводности жидкости на фоне ее вязкости. Для этого теоретически и экспериментально исследовано влияние электропроводности и вязкости жидкости на свойства акустических волн высших порядков в пьезоэлектрических пластинах. В данном случае рассматривались анизотропные пьезоэлектрические материалы с высокими значениями коэффициента электромеханической связи (КЭМС).

В результате проведенных исследований было показано, что при использовании в качестве звукопровода сильных пьезоэлектриков типа ниобата или танталата лития чувствительность различных типов акустических волн в них к электропроводности жидкости в целом сопоставима с чувствительностью к ее вязкости. Волны, обеспечивающие селективное определение электропроводности,

на фоне присутствия вязкостной нагрузки обнаружены не были. Это говорит о том, что измерение только электропроводности вязкой жидкости невозможно при наличии механического контакта между жидкостью и пьезоэлектриком.

Во второй главе теоретически и экспериментально исследовалось влияние электропроводности жидкости на характеристики акустических волн в структуре «пьезоэлектрическая пластина – воздушный зазор – жидкость». Для анализа была выбрана акустическая волна нулевого порядка с поперечно-горизонтальной поляризацией (SH_0) в пластине YX -среза $LiNbO_3$. Известно, что эта волна обладает наибольшим значением КЭМС по сравнению с другими волнами в этом материале. В результате проведенных исследований была теоретически решена граничная задача и получены зависимости скорости и затухания SH_0 в пластине YX -среза $LiNbO_3$ от электропроводности жидкости при различных величинах воздушного зазора между пластиной и жидкостью. Полученные зависимости показали, что при наличии воздушного зазора между пластиной и жидкостью электрическое поле, создаваемое пьезоактивной акустической волной, взаимодействует со свободными электрическими зарядами внутри жидкости. Причем, чем меньше величина зазора, тем сильнее эффект.

Для подтверждения выводов теории был проведен соответствующий эксперимент. Для этого была создана акустическая линия задержки на пластине YX -среза $LiNbO_3$ со следующими характеристиками: длина волны $\lambda = 2$ мм; расстояние между принимающим и излучающим ВШП $L = 7,9$ мм; апертура ВШП $W = 8,5$ мм, количество пар штырей $N = 4$, $h/\lambda = 0,25$. Были построены зависимости изменения вносимых потерь и фазы акустического сигнала от электропроводности водных растворов $NaCl$. Метод оказался эффективен для определения электропроводности жидкости в диапазоне от 0,4 до 21,1 См/м и величины зазора от 900 до 400 мкм.

В третьей главе экспериментально исследуется влияние фазового перехода 1-го рода (ФП1) "жидкость – лед" на характеристики акустических волн в пьезоэлектрических пластинах. На первом этапе проводилось экспериментальное исследование фазового перехода первого рода невязкой непроводящей воды в лед при помощи акустических волн высших порядков в пьезоэлектрических пластинах $YZ-LiNbO_3$, $YZ+90^\circ-LiNbO_3$, ST X-кварц, ST X+90°-кварц, $36^\circ YX-LiTaO_3$ и $36^\circ YX+90^\circ-LiTaO_3$. Определена наиболее чувствительная к фазовому переходу "жидкость – лед" акустическая волна, которая распространялась в подложке $YZ-LiNbO_3$ с нормированной толщиной $h/\lambda = 1,67$ и имела частоту $f = 38,4$ МГц. Приведены исследования распространения такой волны в условиях медленного изменения температуры и показана возможность динамического наблюдения за ФП1 "жидкость – лед".

На следующем этапе был экспериментально исследован ФП1 одномолярных водных растворов хлоридов натрия, калия, аммония, кальция, никеля и железа в лёд при помощи акустической волны высшего порядка с пластине $YX-LiNbO_3$, $h/\lambda \approx 1$ с частотой $f = 52,62$ МГц. Показано, что при медленном изменении температуры на зависимости изменения вносимых потерь ΔS_{12} от температуры T

появляется гистерезис. Это происходит из-за разных величин температуры замерзания и температуры таяния. Наименьший гистерезис наблюдается у хлоридов с меньшей растворимостью. Показано также, что при резком изменении температуры характеристики акустической волны уникально реагируют на каждый водный раствор, причем наименьшая величина вносимых потерь также наблюдается у веществ с наименьшей растворимостью в воде.

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы.

На защиту выносятся четыре научных положения.

1. Акустические свойства суспензии и их температурные коэффициенты (скорость звука, температурный коэффициент скорости, температурный коэффициент задержки, температурный коэффициент расширения, модуль упругости и температурный коэффициент модуля упругости) могут быть определены одновременно из измерений только времени задержки продольной объемной акустической волны при разных температурах ($5 - 25^{\circ}\text{C}$) для одной и той же жидкостной пробы объемом 1 мл в одном экспериментальном цикле. Данный подход применен для определения вышеуказанных параметров суспензий на основе вазелинового масла с такими наполнителями как микро- и наночастицы активированного угля и SPAN80.
2. В пластинах и структурах на основе слабо пьезоактивных материалов (ST кварц, Si/ZnO, Si/AlN) существуют акустические волны высших порядков с эллиптической поляризацией упругих смещений в плоскости звукопровода и отсутствием нормальной к поверхности звукопровода компоненты механического смещения. Эти волны обладают чувствительностью к вязкости жидкости на два порядка большей, чем к электропроводности и температуре той же жидкости.
3. Электрическое поле, сопровождающее пьезоактивную акустическую волну нулевого порядка с поперечно-горизонтальной поляризацией SH_0 ($f = 2,067$ МГц, $\lambda = 2$ мм) в пластине YX ниобата лития, проникает в жидкость с произвольной электропроводностью, находящуюся на расстоянии не более 900 мкм от поверхности пластины, что приводит к изменению фазы и амплитуды этой волны. Это позволяет бесконтактно измерять объемную электропроводность жидкости в диапазоне $0,4$ См/м – $21,1$ См/м.
4. Для вносимых потерь S_{12} на распространение акустических волн высших порядков в частотном диапазоне $15 - 50$ МГц в пьезоэлектрических пластинах YZ и YX LiNbO_3 , ST X и ST X+90 SiO_2 , 36° YX и 36° YZ LiTaO_3 , находящихся в контакте с воздухом, водой или льдом, всегда выполняется такое соотношение: $S_{12}(\text{воздух}) < S_{12}(\text{вода}) < S_{12}(\text{лёд})$. Достижение насыщения величины $S_{12}(\text{лёд})$ при -15°C соответствует формированию однородного льда. В диапазоне температур от -5°C до -15°C на поверхности пластины существует двухфазная система "вода-лёд".

Все выводы обоснованы и не вызывают возражений.

Научная новизна работы заключается в том, что:

1. Показано, что с помощью метода, основанного на использовании объемных акустических волн, можно исследовать свойства полярных и неполярных жидкостей, а именно, скорость звука, температурный коэффициент скорости, температурный коэффициент задержки, температурный коэффициент расширения, модуль упругости и температурный коэффициент модуля упругости в жидкости. При этом достаточно измерить лишь время задержки продольной объемной акустической волны в исследуемой среде.

2. Рассчитаны и исследованы акустические волны, распространяющиеся в пластинах YZ и YX LiNbO₃, ST X и ST X+90 SiO₂, 36° YX и 36° YZ LiTaO₃ и структурах Si/ZnO, Si/AlN, обладающие эллиптической поляризацией в плоскости звукопровода, при этом у данного типа волн отсутствует нормальная к поверхности звукопровода компонента механического смещения.

3. Показано, что электрическое поле, сопровождающее пьезоактивную волну нулевого порядка с поперечно-горизонтальной поляризацией SH₀ в пластине YX LiNbO₃ проникает в проводящую жидкость, которая находится на расстоянии менее 900 мкм от поверхности пьезоэлектрической пластины, при характеристиках SH₀ волны $f = 2,067$ МГц и $\lambda = 2$ мм (f – частота, λ – длина волны). При этом фаза и амплитуда волны меняются, что позволяет однозначно судить об электропроводности исследуемой жидкости.

4. Показано, что вносимые потери S_{12} для акустических волн в диапазоне частот от 15 до 50 МГц в пластинах YZ, YX LiNbO₃, ST,X, STX+90 SiO₂ и 36YX, 36YZ LiTaO₃ при $h/\lambda=1.67$ увеличиваются при изменении контактирующей среды с воздуха на воду и лёд, причем $S_{12}(\text{воздух}) < S_{12}(\text{вода}) < S_{12}(\text{лёд})$. Показано, что по стабилизации вносимых потерь можно определить полное превращение воды в лёд.

Достоверность представленных в диссертации результатов обусловлена использованием широко известных методов измерения характеристик акустических сигналов, подтверждается их воспроизводимостью, надежностью примененных методов исследования и обработки данных. Полученные результаты не противоречат устоявшимся представлениям, приведенным в научной литературе, а дополняют их. Полученные результаты были признаны научной общественностью при обсуждениях на специализированных конференциях и опубликованы в рецензируемых научных журналах.

Научная и практическая значимость полученных результатов заключается в том, что рассчитана и экспериментально подтверждена возможность существования как в пьезоэлектрических пластинах, так и в многослойных структурах на их основе, акустических волн с упругой поляризацией в плоскости пластины и минимальной парциальной компонентой упругого смещения, нормальной к поверхности звукопровода. Это позволило предложить эти волны как операционные моды для реализации акустических

датчиков с высокой избирательной чувствительностью к вязкости. Научной значимостью обладают исследования акустических волн в пьезоэлектрических пластинах, находящихся в контакте с жидкостью, свойства которой изменяются в процессе ФП "жидкость-лёд". Полученные результаты легли в основу разработки акустических методов, позволяющих решать прикладные задачи, связанные с контролем оледенения авиационных и морских конструкций, улучшением прогнозирования ситуативных изменений агрегатного состояния жидкостей, что критически важно для предотвращения техногенных катастроф в климатически нестабильных регионах.

Практическая значимость связана с разработкой и созданием методов, позволяющих проводить исследования с минимальными объемами образцов (менее 1 мл), что важно для работы с редкими, дорогими или ограниченными по доступности жидкостями. Полученные результаты могут быть использованы для контроля качества смазочных материалов, масел, топлив и других технологических жидкостей в машиностроении, автомобилестроении и нефтепереработке.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации.

Результаты и выводы диссертационной работы Шамсутдиновой Е.С. могут быть рекомендованы к использованию организациями реального сектора экономики, работающими в области биотехнологий, автомобилестроения, нефтегазовом секторе.

Основное содержание и тема диссертации соответствуют паспорту научной специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния (п. 1 – Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств упорядоченных и неупорядоченных неорганических и органических систем, включая классические и квантовые жидкости, стекла различной природы, дисперсные, и квантовые системы).

Вопросы и замечания по диссертационной работе:

1. Стр. 46. Табл. 1.3. Приводятся результаты по акустической чувствительности волн Лэмба в пластинах различной ориентации из ниобата или танталата лития на разных частотах. Непонятно, каким модам Лэмба та или иная частота соответствует, поскольку они не идентифицированы: не указаны номера мод и их типы – симметричные или антисимметричные.

2. Стр. 78. П. 2.1. Приводятся аналитические формулы, описывающие влияние вязкости и электропроводности жидкости на параметры распространения моды SH_0 в пластине ниобата лития. В соотношении (2.11) и далее используется диэлектрическая проницаемость ε_{11}^{pl} в пластине. Известно, что в сильных пьезоэлектриках, включая ниобат лития, следует различать $\varepsilon_{11}^T > \varepsilon_{11}^S$, измеренные для "свободного" и "зажатого" образцов соответственно. На низких частотах

менее 1 МГц в ниобате лития $\varepsilon_{11}^T \sim 80$, на высоких (более 100 МГц) – работает $\varepsilon_{11}^S \sim 40$. Из текста диссертации неясно, учитывалось ли такое различие.

3. Глава 3. Интерпретацию экспериментальных результатов акустических исследований по определению температур кристаллизации и плавления воды и водных растворов следовало бы провести с учётом литературных данных по фазовым диаграммам исследованных систем.

4. Стр. 40, 43. Всюду по тексту автор использует не принятое в России обозначение десятичного знака – точку. Иногда это приводит к трудности восприятия. Например, на стр. 40 приводится значение скорости волны $v = 14.093$ м/с. Это 14,093 м/с или, что вероятнее, 14093 м/с? Аналогично, на стр. 43 дано значение скорости волны $v_0 = 11.42273$ м/с.

5. Стр. 67. Дана ссылка на рисунок 1.26, должна быть ссылка на рис. 1.25.

6. Стр. 69 – 71. Повторение абзаца.

7. Стр. 28. Неудачное выражение: **Напряжения** смещения... Речь идёт о компонентах упругих смещений парциальных волн.

8. Стр. 81, 82. Система соотношений (2.23) – (2.26) идентична системе (2.27) – (2.30).

9. Стр. 32. Рис. 1.7. Отсутствует упомянутая в подписи калибровочная кривая для акустической волны 49,74 МГц на воздухе.

10. Список литературы в диссертации оформлен не в соответствии с ГОСТ 7.1-2003.

Сделанные замечания не снижают качества диссертации. Диссертационная работа Е.С. Шамсутдиновой представляет собой теоретическое и экспериментальное исследование, проведенное на высоком научном уровне. Работа обладает значительной научной и практической значимостью.

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

Диссертация Шамсутдиновой Е.С. **«Исследование физических свойств жидкостей и их фазовых переходов в твердое состояние при помощи акустических волн»** представляет собой законченное научное исследование и по объёму результатов, достоверности, теоретической и практической значимости выводов удовлетворяет п.п. 9 – 14 «Положения о присуждении степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям физико-математического профиля, а ее автор, Шамсутдинова Е.С., заслуживает присуждения искомой ученой

степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа была доложена и отзыв был одобрен на заседании Ученого совета федерального государственного бюджетного научного учреждения «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», протокол № 2025-02-06 от 06 февраля 2025 г. Присутствовало членов Ученого совета – 10 человек из общего числа 12 человек. Кворум имелся.

Отзыв подготовлен профессором, д.ф.-м.н., заведующим лабораторией физической акустики и акустоэлектронных устройств, г.н.с. НИЦ «Курчатовский институт» – ТИСНУМ Сорокиным Б.П.

_____/Б.П. Сорокин/

Я, Сорокин Борис Павлович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Подпись Сорокина Б.П. заверяю
Начальник отдела кадров
НИЦ «Курчатовский институт» - ТИСНУМ



Кропивянская Т.В.

«07» февраля 2025 г.

Сведения о сотруднике ведущей организации, подготовившем отзыв

Фамилия, имя, отчество: Сорокин Борис Павлович

Ученая степень: доктор физико-математических наук

Специальность, по которой защищена диссертация: 01.04.07 – Физика твёрдого тела

Почтовый адрес: 108840, г. Москва, г.о. Троицк, ул. Центральная, д. 7а.

Телефон: +7 (499) 272-23-15 (375)

E-mail: bpsorokin1953@yandex.ru

Название организации: федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» НИЦ «Курчатовский институт» – ТИСНУМ)

Ученое звание, шифр специальности: Профессор по кафедре физики твёрдого тела

Должность: Главный научный сотрудник

Сведения о ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

Почтовый адрес: 108840, г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, д. 7а.

Тел.: +7 (499) 272-23-13

e-mail: info@tisnum.ru

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

[1] G.M. Kvashnin, B.P. Sorokin. Peculiarities of energy trapping of the UHF elastic waves in diamond-based piezoelectric layered structure. II. Lateral energy flow. *Ultrasonics*. 2021. V. 111. P. 106311.

[2] B.P. Sorokin, N.O. Asafiev, G.M. Kvashnin, D.A. Scherbakov, S.A. Terentiev, V.D. Blank. Toward 40 GHz excitation of diamond-based HBAR. *Appl. Phys. Lett.* 2021. V. 118. P. 083501.

[3] S.I. Burkov, O.N. Pletnev, P.P. Turchin, O.P. Zolotova, B.P. Sorokin. Anisotropy of the uniaxial pressure influence on Lamb and SH wave characteristics in a rotated cut of LiNbO₃ crystal. *IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*. 2021. V. 68, iss. 10. P. 3234 - 3240.

- [4] A. Sotnikov, B. Sorokin, N. Asafiev, D. Scherbakov, G. Kvashnin, Yu. Suhak, H. Fritze, M. Weihnacht, H. Schmidt. Microwave Acoustic Attenuation in CTGS Single Crystals. *IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*. 2021. V. 68, No 11. P. 3423 - 3429.
- [5] Г.М. Квашнин, Б.П. Сорокин, С.И. Бурков. Возбуждение поверхностных акустических волн и волн Лэмба на СВЧ в пьезоэлектрической слоистой структуре на основе алмаза. *АКУСТИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ*. 2021. Т. 67, № 1. С. 45-54.
- [6] Г.М. Квашнин, Б.П. Сорокин, С.И. Бурков. Анализ распространения СВЧ волн Лэмба в пьезоэлектрической слоистой структуре на основе алмаза. *АКУСТИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ*. 2021. Т. 67, № 6. С. 595–602.
- [7] G. Kvashnin, B. Sorokin, N. Asafiev, V. Prokhorov, A. Sotnikov. Peculiarities of the acoustic wave propagation in diamond-based multilayer piezoelectric structures as "Me1/(Al, Sc)N/Me2/(100) Diamond/Me3" and "Me1/AlN/Me2/(100) Diamond/Me3" under metal thin film deposition. *Electronics (Switzerland)*. 2022. V. 11, No 2. P. 176.
- [8] B.P. Sorokin, N.O. Asafiev, D.A. Ovsyanikov, G.M. Kvashnin, M.Yu. Popov, N.V. Luparev, A.V. Golovanov, V.D. Blank. Microwave acoustic studies of materials in diamond anvil cell under high pressure. *Appl. Phys. Lett.* 2022. V. 121. P. 194102.
- [9] Sorokin B., Asafiev N., Yashin D., Luparev N., Golovanov A., Kravchuk K. Microwave diamond-based HBAR as a highly sensitive sensor for multiple applications: acoustic attenuation in the Mo film. *Sensors*. 2023. Vol. 23, iss. 9. P. 4502.
- [10] Сорокин Б.П., Асафьев Н.О., Яшин Д.В., Кульницкий Б.А., Аксененков В.В., Батова Н.И. Температурная стабильность материалов для композитных СВЧ акустических резонаторов и сенсоров на алмазных подложках. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2023. Том 66. Вып. 10. С. 75-83.
- [11] B.P. Sorokin, N.O. Asafiev, D.A. Ovsyannikov, M.Yu. Popov, D.V. Yashin, N.V. Luparev, V.D. Blank. Diamond-based HBAR as a High-pressure sensor. *Ultrasonics*. 2024. V. 142. P. 107380.
- [12] B.P. Sorokin, D.V. Yashin, N.O. Asafiev, S.I. Burkov, M.S. Kuznetsov, N.V. Luparev, A.V. Golovanov. Microwave surface and Lamb waves in a thin diamond plate: Experimental and theoretical investigation. *Ultrasonics*. 2025. V. 149. P. 107575.