

## ОТЗЫВ

официального оппонента А.И. Коробова 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, используя сенсоры на основе композитных резонаторов на объёмных акустических волнах (ОАВ-резонаторов) с алмазными подложками, а также проведению таких исследований на примере металлических плёнок и объёмных монокристаллов, 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.

К настоящему времени растущее число работ посвящено изучению физико-химических и акустических свойств материалов с расширением диапазонов внешних воздействий и операционных частот. В связи с этим требуются новые методы исследований на основе микроакустических устройств, позволяющих исследовать свойства малоразмерных образцов, включая воздействие высоких давлений (ВД) и температуры. С практической точки зрения, растёт интерес к применению сенсоров на разных физико-химических принципах. Мультислойные пьезоэлектрические структуры (МПС) на подложках из материалов с низкими акустическими потерями являются актуальными объектами исследования. Композитный ОАВ-резонатор рассматривается как базовое устройство для разработки сенсоров различного назначения. Выбор в качестве подложки монокристалла алмаза, обладающего уникальным сочетанием акустических свойств – рекордных скоростей звука и

малого СВЧ затухания, ведёт к повышению диапазона частот акустоэлектронных устройств вплоть до КВЧ диапазона, благодаря чему можно получить ранее недоступные данные о механизмах акустического затухания как в плёночных, так и объёмных материалах. Исследование физико-химических свойств материалов, включая фазовые переходы, в том числе, при высоких давлениях и температурах и в широкой области частот, с помощью названных сенсоров актуально с точки зрения физики твёрдого тела.

В диссертации Н.О. Асафьева предлагаются новые методы изучения физико-химических и акустических свойств тонкоплёночных материалов и объёмных образцов.

Диссертация состоит из Введения, четырёх глав основного текста, краткого Заключение со списком основных результатов и выводами, и списка цитированной литературы, включающего 168 наименований.

Во Введении кратко описывается развитие и современное состояние методов СВЧ микроакустики, и задачи, решаемые с использованием ультразвукового излучения. Введение также включает стандартные пункты, характеризующие цель работы, поставленные задачи, научную и практическую значимость полученных результатов, список основных положений, выносимых на защиту.

1-я глава диссертации содержит обзор основной литературы по теме работы. Описаны различные акустические методы в исследованиях физических свойств твёрдых тел. Также приводятся сведения о наиболее востребованных материалах для акустоэлектроники и обсуждаются критерии их выбора. Рассмотрены типы акустических волн, применяемых в качестве операционных мод в акустоэлектронных сенсорах, такие как объёмные акустические волны (ОАВ); поверхностные акустические волны (ПАВ) различных типов – Рэлея, Гуляева-Блюстейна, поверхностно-поперечные; волны в слоистых средах и пластинах – Лява, Лэмба. Обсуждаются методы их возбуждения. Указано, что в качестве основной характеристики чувствительности акустоэлектронных резонансных сенсоров используется сдвиг частоты, происходящий в результате



анализируемого физико-химического или иного воздействия (давления, температуры, присоединённой массы, состава газов, вязкости жидкостей и др.). Подробно рассмотрены другие характеристики эффективности акустоэлектронных сенсоров и примеры их реализации. Подробно рассматриваются достоинства и недостатки той или иной сенсорной схемы.

2-я глава посвящена расчёту и изготовлению композитных ОАВ-резонаторов и сенсоров на их основе, а также методам исследований акустоэлектронных устройств, включая сенсоры напыления тонких и сверхтонких плёнок в лабораторном и корпусированном вариантах и сенсоры давления. Описаны этапы и методы контроля производства базовых устройств для сенсоров – композитных ОАВ-резонаторов. В качестве подложки таких резонаторов используется материал с низким акустическим затуханием. В большинстве случаев в ходе работы в качестве подложки использовались монокристаллические плоскопараллельные пластины из синтетического алмаза. Алмазная подложка проходила несколько стадий очистки. Для создания заданной планарной конфигурации использовались защитные маски, сделанные с помощью фотолитографии. В качестве пьезоэлектрической плёнки использовался нитрид алюминия  $AlN$  или нитрид алюминия-скандия  $Al_{1-x}Sc_xN$  (ASN).

Для изучения твёрдых тел при высоком давлении методом СВЧ композитного ОАВ-резонатора был создан сенсор, способный выдерживать давления ~ единиц и десятков ГПа, встроенный в камеру высоких давлений на алмазных наковальнях (КВДАН). В ходе эксперимента снималась АЧХ сенсора непосредственно в процессе повышения давления в камере, что позволило получать информацию о происходящих в камере процессах *in situ*. Контрольным методом измерения давления была фиксация смещения линии комбинационного рассеяния света (КРС) в алмазе. Дается описание экспериментальных установок и тестовых устройств. Затрагивается вопрос электронной и зондовой калибровок.

В 3-й главе представлено изучение композитного ОАВ-резонатора как базового устройства сенсоров различных физико-химических воздействий. Описана разработка и оптимизация конструкции композитного ОАВ-резонатора. Анализ экспериментальных данных нескольких серий резонаторов на алмазных подложках показал, что оптимальные результаты с точки зрения сочетания акустических параметров были достигнуты при апертурах 5000 – 10000 мкм<sup>2</sup>. Описывается возбуждение на КВЧ (до 40 ГГц) композитного ОАВ-резонатора на алмазной подложке и особенности его применения как сенсора. Возбуждение резонаторов с разной апертурой в таком широком промежутке частот позволило выявить оптимальные апертуры для работы на различных частотах.

В 4-й главе рассматривается применение композитных ОАВ-резонаторов на алмазных подложках в качестве сенсоров физико-химических воздействий, а также для измерений физических и акустических свойств тонких плёнок и объёмных монокристаллов. Исследована температурная стабильность материалов, используемых для изготовления высокотемпературных сенсоров на основе композитных ОАВ-резонаторов на алмазной подложке. Показано, что резонатор на основе структуры "Al/ASN/Mo/(100) алмаз" сохраняет свои функциональные акустические и электромеханические свойства даже при 600 °С. Представлены результаты детального изучения возможностей композитного ОАВ-резонатора на алмазной подложке со структурой Al/AlN/Mo/(100) алмаз для изучения свойств тонких и ультратонких слоёв металлов. В результате осаждения пленки Мо наблюдалась только линейно пропорциональная зависимость относительного сдвига частоты от толщины пленки. В результате осаждения пленки Pt наблюдался сдвиг частоты обертонов даже при эффективной толщине плёнки Pt в 3 Å, при этом сдвиг следовал имеющимся трендам. Зависимость добротности  $Q$  и сдвига частоты  $\Delta f$  от толщины плёнки Pt имеет сложный характер. Измерено СВЧ акустическое затухание в тонких плёнках Мо. Использовался ОАВ-сенсор со структурой Al/Al<sub>0,73</sub>Sc<sub>0,27</sub>N/Mo/(100) алмаз/Мо. Плёнки Мо напыляли на свободную

поверхность алмаза, после чего измеряли сдвиг частоты и добротность резонатора. Из этих данных рассчитывалось общее затухание в системе. Полученные зависимости близки к  $\alpha \sim f^2$  при напылении пленки Mo, в то время как в случае свободной поверхности алмаза эта зависимость близка к линейной. Такая зависимость связана с законом затухания Ахиезера. Исследовано СВЧ акустическое затухание в монокристалле  $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$  (CTGS). В качестве образцов были выбраны различные срезы данного кристалла. Были изготовлены композитные OAB-резонаторы со структурой  $\text{Al}/\text{Al}_{0,69}\text{Sc}_{0,31}\text{N}/\text{Mo}/(\text{hkl})$  CTGS. Получившиеся резонаторы возбуждались до 6 ГГц включительно. Измерялись частоты и добротности обертонов. Полученные значения  $\alpha$  на частоте 1 ГГц показывают, что затухание звука в кристаллах CTGS приблизительно равно или меньше поглощения звуковых волн в монокристаллах лангасита и кварца. Минимальное затухание было получено для образца Z-среза. Композитный OAB-резонатор применялся в исследовании свойств материалов при действии высоких давлений. Были исследованы пластины из различных металлов W, Zr, Mo. В W было зафиксировано начало релаксации пластической деформации при давлении 4,5 ГПа, а также прохождение акустической волны во вторую наковальню и обратно при давлениях более 5,5 ГПа. В Zr был зафиксирован фазовый переход  $\alpha \rightarrow \alpha + \omega$ . В Mo была исследована релаксация при высоких давлениях (12 ГПа) и зафиксирован проход акустической волны во вторую наковальню и обратно при давлениях  $\sim 3$  ГПа.

В Заключение приведены основные выводы и результаты диссертационной работы.

Данная работа позволила расширить методологию изучения физико-химических и акустических свойств твёрдых тел новым инструментом – СВЧ сенсором на основе композитного OAB-резонатора на алмазной подложке. Такие резонаторы с пьезоэлектриками AlN или ASN 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. Показано, что пьезоэлектрическая плёнка нитрида алюминия-скандия имеет высокий эффективный коэффициент электромеханической связи, превышающий аналогичное значение в AlN в несколько раз, с сохранением пьезоактивности, по крайней мере, до 40 ГГц. В отличие от МЭМС и НЭМС устройств, предложенные сенсоры сохраняют работоспособность при многократном использовании. Композитные ОАВ-резонаторы предназначены для измерения параметров плёнок вплоть до субнанометровой толщины. Разработанная интегрированная измерительная система "Камера высокого давления на алмазных наковальнях с композитным ОАВ-резонатором" позволяет исследовать широкий круг материалов в условиях действия высокого давления на операционных частотах СВЧ диапазона.

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. Асафьев получил важные и подтверждённые другими методами экспериментальные результаты по физико-химическим и акустическим свойствам Mo, Al, W, Zr, Si, Pt, Sc и ASN, включая воздействие высоких температур и давлений. Интересным представляется результат достижения диапазона КВЧ (крайне высоких частот) путём возбуждения композитного ОАВ-резонатора со структурой "Al/Al<sub>0,69</sub>Sc<sub>0,31</sub>N/Mo/(100) алмаз" на частоте 40 ГГц. При напылении плёнки Pt, используя структуру "Al/Al<sub>0,88</sub>Sc<sub>0,12</sub>N/Mo/(100) алмаз/Pt", достигнута толщинная чувствительность 0,5 нм. Изучено акустическое затухание в широком диапазоне частот гигагерцового диапазона в тонкой плёнке Mo и в объёмных образцах СТГС. Разработана интегрированная измерительная система "Многообертоновый СВЧ ОАВ-резонатор + камера высокого давления на алмазных наковальнях", имеющая ряд важных новшеств: (1) применение операционных частот СВЧ диапазона; (2) возможность измерения изменений акустических свойств образцов под давлением, которые связаны с внутренним трением или наличием фазовых переходов в материалах, особенностей

перехода из упругой в пластическую область деформаций в металлах, релаксации деформаций в них; (3) чувствительность к изменению давления выше, чем у метода КРС; (4) миниатюрные размеры сенсорного элемента. Тем самым сделан существенный вклад в развитие новой методики СВЧ акустических измерений физико-химических и акустических свойств твёрдых тел.

В работе используется современное и высокоточное экспериментальное оборудование, исследуемые модели физически и математически обоснованны, 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.


Однако рецензируемая работа не лишена некоторых недостатков:

- 1) Недостаточно освещены литературные данные по традиционным акустическим методам исследований твёрдых тел.
- 2) В работе присутствует фактическое повторение данных на рис. 2.1 и рис. 3.2.
- 3) Отсутствует сравнение свойств известных пьезоэлектрических материалов с использованными в работе нитридом алюминия и нитридом алюминия-скандия.
- 4) Не рассмотрена эквивалентная электромеханическая схема замещения композитного ОАВ-резонатора.


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 методов 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 объему 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,  
профессор кафедры акустики  
физического факультета  
Московского государственного  
университета им. М.В. Ломоносова,  
доктор физико-математических наук, профессор  А.И. Коробов  
Подпись А.И. Коробова удостоверяю:

«09» декабря 2024 г.

Исполняющий обязанности  
декана физического факультета МГУ  
имени М.В. Ломоносова,  
доктор физико-математических наук, профессор  В.В. Белокуров





Фамилия, имя, отчество оппонента: Коробов Александр Иванович

Ученая степень: доктор физико-математических наук

Специальность, по которой защищена диссертация оппонента: 1.3.7 - Акустика

Рабочий почтовый адрес: 119899 Москва, Ленинские горы, физический факультет МГУ

Телефон: 8(495)9391821, 89161259029

E-mail: aikor42@mail.ru

Название организации, где работает оппонент: Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова.

Ученое звание, шифр специальности: профессор по кафедре акустики

Должность: профессор

Название структурного подразделения оппонента: кафедра акустики физического факультета