

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Морокова Егора Степановича «Импульсная акустическая микроскопия для визуализации малоразмерных элементов в объеме материалов и на границах их соединений», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

Диссертационная работа Морокова Е.С. посвящена разработке теоретических и экспериментальных основ ультразвуковых измерительных систем высокого разрешения с использованием импульсов фокусированного ультразвука и создания на их основе эффективных методов для диагностики современных плотных керамик, являющихся одними из востребованных конструкционных материалов в различных отраслях, в первую очередь, в медицине, где керамики являются основой при протезировании.

Направление, в котором выполнена работа, является принципиально важным и его актуальность очевидна.

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка цитированной литературы. Диссертация содержит 128 страниц машинописного текста, включая 40 рисунков, 6 таблиц и список цитируемой литературы из 143 наименований.

Во введении обосновывается актуальность и выбор направления исследования, и дается краткая аннотация результатов, изложенных в последующих главах.

В первой главе диссертации приведен обзор методов акустической микроскопии, представлены этапы её развития и основные классификации. Особое внимание уделяется фокусированным пучкам, представлены возможные схемы расположения источника и приемника излучения, типы возбуждаемых волн и методы их регистрации.

Помимо упругой характеристики материалов методы акустического видения зарекомендовали себя как методы неразрушающего контроля микроструктуры границ раздела. Описываются методики с применением низкочастотного ультразвукового излучения с гармоническим возбуждением импульсов большой длительности, приводится описание теоретической модели взаимодействия ультразвука с границей контакта. Особое внимание уделяется описанию зон частичного контакта по величине и частотной зависимости коэффициентов отражения и прохождения. Однако такая зависимость встречается для низкочастотного ультразвука. Для высокочастотного излучения в зоне частичного контакта имеет место комбинированное взаимодействие ультразвука с границей раздела – на микроучастках с полным контактом происходит как отражение падающего возбуждения, так и его прохождение в нижерасположенную среду. Развитие



методов оценки степени дефектности контакта по величине отраженного сигнала является одной из актуальных задач, решаемых диссертантом.

Вторая глава посвящена обзору физических свойств современных керамик, их внутренней микроструктуры, упругих свойств и границ контакта. Описываются механизмы образования микроскопических пор и пустот в объеме керамики, их влияние на прочностные и упругие характеристики. Рассмотрены механизмы адгезии, встречающиеся при соединении материалов с керамической поверхностью. Среди таких механизмов - процессы диффузии при плотном контакте и нагреве, образование контакта при спекании керамических материалов, формирование непрерывной среды с помощью промежуточного адгезионного или клеевого слоя. Приводится краткий обзор методов визуализации и характеристики как внутренней микроструктуры, так и границ соединения керамических материалов. Отмечается, что исследование керамик сталкивается с естественной трудностью: керамики, как правило, оптически непрозрачны, что вызывает трудности для большинства стандартных методов исследований. С этой точки зрения разработка эффективных методов ультразвуковой визуализации, обладающих существенным преимуществом, является новой и актуальной для практического применения.

Третья глава посвящена проблеме регистрации эхосигнала, рассеянного на малых элементах микроструктуры в объеме твердого материала. В работе изучаются особенности взаимодействия коротких фокусированных импульсов высокочастотного ультразвука с акустически твердыми и акустически мягкими рассеивателями ( $a \ll \lambda$ ) в объеме материала. Мягкие рассеиватели моделируют поры в объеме многих структурированных материалов – поликристаллов, керамик, стекол, композитов и т.д. Твердые рассеиватели позволяют выявлять закономерности отображения малых твердых включений на акустических изображениях. Показано, что рассеяние ультразвука на твердых частицах, схоже с Релеевским рассеянием в оптике и пропорционально степенному множителю  $(ka)^4$ , в то время как при рассеянии зондирующего излучения малой мягкой частицей, будет пропорциональным 1-ой степени размера частицы. Несмотря на высокую эффективность рассеяния, существенный вклад в выходной сигнал будут вносить коэффициенты отражения и прохождения ультразвука через границу иммерсии и твердого тела. Используя данную особенность, диссертантом предложен новый метод для оценки минимальных размеров рассеивателей, визуализированных на акустических изображениях. Приведены расчеты чувствительности ультразвуковой системы при обнаружении мягких рассеивателей (пор) в объеме циркониевой керамики, размер которых составляет 0.07 длины волны в керамике на рабочей частоте зондирующего ультразвука.

**Глава 4** посвящена применению высокочастотных фокусированных ультразвуковых пучков для изучения объемной микроструктуры и упругих характеристик материалов на примере плотных керамик. В п. 4.1 дано описание экспериментальной установки, приведены методики измерения локальных упругих характеристик и исследования объемной микроструктуры твердых материалов.

В п. 4.2 приводятся результаты экспериментального измерения диссертантом упругих характеристик керамических образцов. Для измерений использовались: 1) пластинки циркониевой керамики и стеклокерамики – материалов, на основе которых изготовлены двухслойные образцы для изучения области соединения; 2) образцы  $ZrO_2$  керамики с различной степенью пористости от 0.2 до 2.5%; 3) образцы корундовой керамики с различным средним размером зерна от 0.1 мкм до 20 мкм; 4) образцы циркониевой керамики были различной кристаллической модификации. В каждом образце импульсным методом были измерены величины скоростей продольных  $c_L$  и поперечных  $c_T$  упругих волн во всех приготовленных образцах. Экспериментально определенные величины скоростей упругих волн и измеренная методом гидростатического взвешивания величина плотности  $\rho$  позволили Морокову Е.С. определить локальные значения объемного  $K$  и сдвигового  $G$  модулей упругости, модуля Юнга  $E$  и коэффициента Пуассона  $\mu$  в исследованных образцах

Проведенные эксперименты позволили Морокову Е.С. проанализировать влияние таких структурных факторов, как пористость, размер зерен и кристаллическая модификация керамик на упругие свойства керамик. Было показано, что изменение степени пористости от 0.2 до 2.5% приводит к снижению величины скорости продольных звуковых волн в керамике (таблица 4.2). Вариации упругих модулей в большей степени связаны с изменением плотности образца и в меньшей степени - с изменением скоростей звука. В таблице 4.3 приведены результаты экспериментальных исследований влияния размеров зерен в керамике  $Al_2O_3$  на скорость звука в ней. Показано что рост зерен при спекании приводит к уплотнению керамики за счет снижения внутренней пористости, а также значительному увеличению скоростей продольных и поперечных волн. В таблице 4.4 представлены результаты измерений упругих характеристик  $ZrO_2$ , стабилизированной в моноклинной ( $ZrO_2$ -М) тетрагональной ( $ZrO_2$ -Т) и кубической ( $ZrO_2$ -С) модификации. Полученные данные хорошо коррелируют со значениями упругих модулей, ранее полученными в другими авторами.



К сожалению оценки экспериментальных погрешностей, при расчете скоростей распространения звуковых волн и при расчете упругих характеристик керамик проведены не совсем корректно.

В 4-ой главе также представлены результаты экспериментального изучения механизмов отображения на акустических изображениях малоразмерных рассеивателей в объеме керамики. Показана эффективность импульсной акустической микроскопии при отображении пор размером от 5 мкм в объеме керамики  $ZrO_2$  при длине волны  $\sim 70$  мкм. Результаты акустической микроскопии сравниваются с изображениями соответствующих образцов, полученных атомносиловой микроскопией, и оптическими изображениями шлифов образцов. Впервые приводятся экспериментальные результаты ультразвуковой визуализации внутренней микроструктуры керамики, получены данные о распределении пор по объему материала.

Диссертантом рассмотрен эффект, связанный с вкладом в выходной сигнал дифрагированного на краях элементов излучения, который приводит к искажению границ и контуров элементов внутренней структуры. Возбужденное дифрагированное излучение уходит от элемента по разным направлениям. Приемником регистрируются лишь та компонента, которая распространяется вдоль падающих на мишень лучей, но только в обратном направлении. Такие лучи приходят на пьезопреобразователь по нормали к его поверхности и возбуждают эхоимпульс. Наклонные компоненты пучка заметно отличаются по времени распространения от параксиальных лучей, таким образом, происходит смещение сигнала и искривление контуров на изображениях. Показано что смещение увеличивается с ростом угла падения и расстоянием отражателя относительно положения параксиального фокуса в объеме образца.

В 5-ой главе представлены результаты экспериментального анализа эхосигналов, регистрируемых импульсным акустическим микроскопом при отражении зондирующего пучка от границы раздела керамических материалов с различной степенью адгезии. Анализ регистрируемого эхосигнала – набор принимаемых импульсов их амплитуда и фаза, является основой при интерпретации акустических изображений точечных и протяженных дефектов адгезии участков полного и частичного контакта, промежуточных и клеевых слоев. Особый интерес вызывают результаты, полученные при отражении пучка на контурах протяженных дефектов границы контакта. Имеет место как интерференция сигналов, так и расщепление отраженного на контуре эхо-сигнала с резким падением амплитуды. Возможно данный эффект связан с нелинейными эффектами, и требует дополнительного рассмотрения. Принципиального значения наличие или отсутствие

оконтуривания областей с потерей адгезии не сказывается на общей интерпретации получаемых результатов.

Диссертантом проведен теоретический анализ формирования эхосигнала при отражении на границе раздела расположенной в объеме объекта. На основе лучевой теории рассмотрен прием осевого и наклонного луча входящих в состав апертуры фокусированного пучка. По разнице хода лучей, прилегающих к оси пучка и приходящих на приемник без смены фазы, описана эффективная апертура пучка, вносящая основной вклад в формирование отраженного на границе эхосигнала. Эффективная апертура формирует на границе раздела пятно, определяющее латеральное разрешение при акустической визуализации. Представленный Мороковым Е.С. подход для анализа латерального разрешения сходящихся пучков, учитывающий искажение зондирующего пучка при прохождении вглубь образца, безусловно, является новаторским. Экспериментально описанный подход подтверждался при визуализации точечных дефектов адгезии на границе керамических материалов. Получено хорошее согласие величин теоретического и экспериментального разрешения.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы диссертационной работы.

В целом можно отметить высокую научную и практическую значимость диссертации. Основные результаты, полученные в диссертации, опубликованы в ведущих отечественных и зарубежных научных изданиях, а также были представлены на многочисленных Российских и международных научных конференциях.

Автореферат соответствует содержанию и выводам диссертации.

Несмотря на высокую оценку диссертационной работы, хотелось отметить несколько замечаний.

1. В тексте диссертации имеются опечатки.
2. В работе не проведен полный теоретический анализ всех возможных ошибок измерений, которые могут возникать, при реализации разработанных автором методик.
3. Результаты экспериментально определенных величин в таблицах 4.2-4.4 приведены в разных системах измерения.
4. В тексте диссертации в явном виде не указано, для каких характеристик акустической волны автор рассчитывает коэффициенты отражения.

Указанные выше замечания не снижают высокой оценки представленной диссертации. Она представляет собой завершенное научное исследование, выполненное на высоком теоретическом и экспериментальном уровне. Результаты работы вносят существенный вклад в развитие методов импульсной акустической микроскопии. Это позволяет утверждать, что диссертационная работа Морокова Егора Степановича



удовлетворяет всем требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присвоения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

Официальный оппонент, доктор физико-математических наук,

профессор

Коробов А.И.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова»,  
119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 2.

Физический факультет, кафедра акустики

тел.: +7(495)939-1821

e-mail: aikor42@mail.ru

Подпись д.ф.-м.н. Коробова А.И. удостоверяю.

Декан физического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова,

Профессор

«27» сентября 2018 г.

