

ОТЗЫВ

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

Диссертационная работа Е.С. Морокова посвящена экспериментальному изучению и теоретическому объяснению явлений, возникающих при взаимодействии фокусированных пучков высокочастотного ультразвука с малоразмерными элементами, находящимися в объеме твердых материалов и на границах их контакта. Диссертация сочетает экспериментальные исследования с теоретическим анализом явлений, наблюдаемых при проникновении ультразвука в объем изучаемого объекта.

Взаимодействие ультразвуковых волн, распространяющихся в объеме материала, с элементами малого размера приводит к возбуждению рассеянного на таких мишенях излучения, которое при достаточной интенсивности регистрируется приемной системой. Геометрия мишени и ее природа задают амплитуду регистрируемого импульса, сформированного от обратно рассеянного излучения, и обуславливают характер отображения рассеивателей на акустических изображениях. Размер пикселя на акустическом изображении определяется диаметром фокального пятна зондирующего пучка, при этом фактический размер рассеивателя может быть заметно меньше длины волны. Сегодня интерес к разработке подхода для оценки реальных размеров элементов, визуализированных методами акустической микроскопии, определяется необходимостью исследования и характеристики объемной микроструктуры широкого спектра материалов с микромасштабными структурными элементами (композитные материалы, в т.ч. керамики с порами, углеродные нанокompозиты и т.д).

В свою очередь, рефракционные aberrации, связанные с преломлением фокусированного пучка при проникновении в объем твердого тела, служат причиной искажения геометрии пучка. Данное явление является решающим для анализа разрешающей способности акустического микроскопа при визуализации глубинных отражающих структур материала при условии $h \gg \lambda$ (h – глубина залегания, λ – длина волны ультразвука). Применение известного критерия Релея, описывающего латеральное разрешение на поверхности образца, оказалось неправомерным для оценки разрешения в объеме материала. Разработка методов анализа разрешающей способности сходящихся пучков диктуется

практическими потребностями, связанными с разработкой методик неразрушающего контроля и оценки внутренних границ интерфейсов композитных материалов, описания и оконтуривания областей с различной степенью адгезии.

В диссертации Е.С. Морокова предлагаются подходы для анализа взаимодействия коротких импульсов высокочастотного фокусированного ультразвукового пучка с элементами внутренней структуры гетерогенных материалов.

Диссертация состоит из Введения, 5-и глав основного текста, краткого Заключения со списком основных результатов и выводами, и списка цитированной литературы, включающего 128 наименований.

Во Введении кратко описывается развитие и современное состояние методов ультразвуковой визуализации, 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 описание принципов работы акустической микроскопии. Приводятся сведения об использовании фокусированных пучков ультразвука с гармоническим и импульсным возбуждением сигнала для измерения упругих параметров материалов. Рассматриваются механизмы взаимодействия ультразвуковых пучков с границей раздела двух твердых тел. Приводятся литературные данные по теоретическим моделям, основное внимание в которых уделяется ультразвуковой характеристике зон частичного контакта по величине коэффициентов отражения и прохождения и их частотной зависимости. Однако такая зависимость характерна только для низкочастотного излучения, а для высокочастотных ультразвуковых пучков коэффициенты на границе контакта материалов должны описываться долей участка с хорошей адгезией внутри фокального пятна.

2-я глава посвящена описанию объектов экспериментального исследования, а именно, объемной микроструктуре и упругим свойствам керамик. Приводится обзор литературных данных по влиянию пористости, размера зерен и кристаллических модификаций керамик на упругие характеристики материала. Описываются процессы формирования межзеренных пор, которые, несмотря на малый размер, являются хорошими источниками рассеянного ультразвукового излучения в объеме керамики. Представлен обзор механизмов адгезии с керамической поверхностью и причины образования точечных и протяженных дефектов адгезии. Разработка методов визуализации высокого разрешения для оценки сцепления керамических материалов актуальна для многих практических областей, в первую очередь для медицинского ортопедического и стоматологического протезирования, использующих

двухслойные керамические системы. Зона контакта определяет прочность и надежность изделия в целом, а оценка качества адгезии является ключевым фактором контроля.

В 3-й главе представлен теоретический анализ взаимодействия ультразвукового пучка с малоразмерными ($a \ll \lambda$) рассеивателями в объеме материала. Данный подход акустической визуализации близок по своей природе к оптической микроскопии темного поля, когда происходит регистрация наличия и локации рассеивателя, но не определяется его реальный размер. Размер такого элемента на изображении будет связан с размером фокального пятна зондирующего излучения. Возбуждение и прием ультразвукового излучения, рассеянного на малых элементах, расположенных в иммерсионной жидкости – это хорошо изученная проблема. Особенностью предлагаемого Е.С. Мороковым подхода является анализ приема рассеянного излучения от одиночной частицы, расположенной в толще твердого материала. Автором учитывается вклад только продольных волн в рассеяние на частице. Данный вариант оправдан тем, что внутри фокальной перетяжки фокусированного пучка излучения описывается как ограниченный фронт плоских волн, тем самым, предполагается исключение возможности конверсии моды при пересечении интерфейса иммерсия-материал. В качестве критерия, определяющего минимально возможную амплитуду рассеянного излучения, регистрируемую приемником, автором была взята чувствительность использованной акустической системы (АС). Визуализация минимально возможного элемента внутренней структуры фокусированным ультразвуковым пучком сводится к задаче по нахождению значения выходного сигнала АС после рассеяния на частице падающего излучения и сравнение выходного сигнала с величиной шумовых сигналов микроскопа.

Диссертантом впервые было получено выражение, описывающее условие приема эхо-сигнала от рассеивателя в объеме твердого тела. В качестве двух граничных условий было выбрано рассеяние на акустически жесткой или мягкой частицах. Данный критерий позволяет проводить оценку размеров отображаемых на изображениях элементов структуры при условии $a \ll \lambda$. Получены расчетные данные о минимальных рассеивателях, отображаемых на акустических изображениях внутренней структуры экспериментальных образцов керамики ZrO_2 . Минимальный размер мягких рассеивателей (поры и пустоты) составил $a = 0.07\lambda$ или 5 мкм. Анализ распределения рассеивателей по объему позволяет оценивать однородность керамики.

В 4-й главе представлены экспериментальные данные исследования мелкопористой структуры керамики и ее упругих характеристик, полученные с помощью импульсной акустической микроскопии. Автором измерены скорости распространения продольной и

поперечной волн в керамиках ZrO_2 , Al_2O_3 и в стеклокерамике. Впервые представлены данные о влиянии пористости и среднего размера зерна на упругие характеристики керамик.

Проводится анализ экспериментального отображения малоразмерных элементов (пор и пустот) в объеме керамики ZrO_2 . Полученные результаты сопоставимы с предлагаемым теоретическим подходом для оценки размеров рассеивателей. Достоверность экспериментальных результатов акустической микроскопии подтверждается другими методами анализа микроструктуры керамики – атомно-силовой и оптической микроскопией.

В пятой главе диссертации представлены результаты теоретического анализа и экспериментального подтверждения латерального разрешения акустического микроскопа, учитывающего рефракционные aberrации при визуализации интерфейса между материалами. Сильное преломление лучей на границе иммерсия-образец приводит к образованию каустики, смещению параксиального фокуса акустической линзы и к образованию новой фокальной зоны в объеме керамики. Рассматривается формирование максимума эхо-сигнала, отраженного от границы раздела материалов, при локализации на его поверхности параксиального фокуса пучка. Изображение формируется за счет приема лучей, прилегающих к оси пучка и приходящих со сдвигом фазы, не превышающим π . Используя такой подход, автором впервые было получено выражение для оценки эффективной апертуры пучка, участвующей в формировании изображений и изменяющейся в зависимости от типа материала и глубины фокусировки. Кроме того, получено выражение для анализа латерального разрешения акустического микроскопа при визуализации глубинных структур.

На примере адгезионного контакта керамических материалов экспериментально подтверждена эффективность предлагаемого теоретического критерия оценки латерального разрешения. Для анализа рассмотрены акустические изображения, сформированные не только пучками сходящихся продольных, но и поперечных волн, образующихся за счет конверсии мод при прохождении зондирующего пучка через интерфейс иммерсия-образец. Оригинальность такого подхода позволила автору исследовать преимущества и недостатки применения фокусированных пучков продольных и поперечных звуковых для построения акустических изображений зоны соединения с различной степенью адгезии. Представленные принципы интерпретации акустических изображений границ контакта являются основополагающими при разработке методик оценки прочности соединения материалов, этим определяется важное практическое значение результатов, полученных Е.С. Мороковым в этом разделе диссертационной работы.

Оценивая работу в целом, можно сказать, что автор показал себя как высококвалифицированный специалист в области акустической микроскопии. Е.С. Мороков

получил важные и подтвержденные другими методами экспериментальные результаты по пористости керамики, качества интерфейсов композитных материалов. Интересным представляется и результат о, по крайней мере, качественном детектировании элементов внутренней структуры гетерогенного материала с латеральными микронными размерами, что много меньше длины волны используемого ультразвука. Такой подход обоснован и детальной математической моделью (п. 3.2), и экспериментальными данными по распределению пор в керамике диоксида циркония. Тем самым сделан существенный вклад в развитие новой методики акустической микроскопии.

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 неразрушающего контроля.

Однако рецензируемая работа не лишена некоторых недостатков:

1) В табл. 4.3 указаны результаты по скоростям продольных и сдвиговых объёмных акустических волн в керамике на основе Al_2O_3 с точностью до 5-ти значащих цифр в зависимости от размера зерна, при этом автор утверждает, что погрешность расчета этих данных ~5%, следовательно, такая точность неоправданно высока. Отсюда, к сожалению, об уверенной корреляции величины скоростей звука с увеличением размера зёрен можно судить только на уровне оценки. Не приведена и оценка погрешности определения размера зерна.

2) При расчёте упругих параметров керамики ZrO_2 утверждается, что погрешность составила ~5%, однако в табл. 4.4 значения упругих модулей всестороннего сжатия, Юнга и сдвигового модуля приводятся с точностью до 4-х значащих цифр, тогда как надо было удержать не более 2-х. Автор также утверждает, что полученные данные хорошо коррелируют с известными из литературы данными (табл. 2.1). Однако в табл. 4.4 приведены результаты для керамики как упруго изотропного тела, а в табл. 2.1 – для монокристаллов ZrO_2 в моноклинной, тетрагональной и кубической фазах, и их прямое сравнение некорректно. Уже стали классикой методы усреднения упругих констант для поликристаллов исходя из констант упругости монокристаллов по Фохту-Ройссу-Хиллу и К.С. Александрову, с помощью которых это действительно можно было бы обоснованно сделать.

3) На стр. 39-41 диссертации обсуждаются упругие свойства тетрагонального диоксида циркония, но общий вид приведённой матрицы модулей упругости (соотношение (2.1)) соответствует почему-то тригональной симметрии классов 32 , $3m$ и $\bar{3}m$.

4) Результаты по плотности и скоростям звука часто приводятся в таблицах не в соответствии с системой СИ, принятой в Российской Федерации.

Указанные выше замечания не снижают общего благоприятного впечатления от работы. Диссертационная работа Е.С. Морокова выполнена на высоком научном уровне и представляет собой завершённое научное исследование. Результаты работы вносят существенный вклад в развитие методов импульсной акустической микроскопии. Объём и научная новизна представленных результатов удовлетворяют требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Основные результаты, полученные в диссертации, опубликованы в 12-ти научных работах, в том числе в 8-ми 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.

Работа Е.С. Морокова удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук согласно п. 9 Положения о присуждении учёных степеней ВАК РФ. Ее автор заслуживает присуждения ему искомой ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

Официальный оппонент,
главный научный сотрудник
ФГБНУ «Технологический институт
сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»
доктор физико-математических наук, профессор

Б.П. Сорокин

25 сентября 2018 г.

ФГБНУ «Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»
адрес: 108840 Москва, г.о. Троицк, ул. Центральная, 7а
тел.: 8 -499-272-23-13 (доб. 375)
e-mail: bpsorokin1953@yandex.ru

Подпись д.ф.-м.н. Б.П. Сорокина
заверяю:

Начальник отдела по кадрам и режиму ФГБНУ ТИСНУМ



Г.В. Гольшева