

ОТЗЫВ

Официального оппонента, доктора технических наук, ведущего профессора, директора научно-исследовательского центра световодной фотоники федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский университет ИТМО» Мешковского Игоря Касьяновича, на диссертацию Пластинина Евгения Александровича
«Волоконные световоды с сердцевиной на основе консолидированного нанопористого стекла, легированного висмутом, церием или диспрозием», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.03.19. – Лазерная физика.

Актуальность темы диссертации.

Разработка новых подходов к легированию кварцевого стекла является актуальной задачей, поскольку существующие методы имеют известные ограничения. В частности, многие легирующие добавки склонны к кластеризации при их высокой концентрации, что существенно ограничивает диапазон доступных концентраций допантов.

Внедрение технологии легирования методом пропитки нанопористых стёкол позволит получать стёкла оптического качества для лазерных применений с высокими концентрациями добавок. Более того, предложенный метод позволяет регулировать степени окисления вводимых допантов, что открывает широкие возможности по созданию композиционных материалов с уникальными характеристиками.

Научная новизна состоит в том, что автором диссертации:

1. Был очерчен круг составов нанопористых стёкол, подходящих для изготовления сердцевин волоконных световодов;
2. Были исследованы спектрально-люминесцентные свойства консолидированных нанопористых стёкол, содержащих большие концентрации висмута (до 0.8 ат.%). Эти свойства совпадают со свойствами висмутсодержащих стёкол, изготовленных по технологии MCVD;
3. Впервые изготовлены волоконные световоды с сердцевиной из консолидированного нанопористого стекла, легированного висмутом, церием или диспрозием;
4. Обнаружен эффект значительного роста интенсивности инфракрасной люминесценции при условии солегирования tantalом и висмутом нанопористых стёкол.

Теоретическая и практическая значимость диссертации:

1. Впервые разработана технология, изготовлены и исследованы активные волоконные световоды из спеченного пористого стекла, активированного висмутом, церием или диспрозием;
2. Разработана технология введения активирующих элементов в поры пористого стекла и технология коалесценции пор с пространством (удаление пор), обеспечивающая создание преформы для вытяжки волокна;
3. В работе экспериментально показаны большие возможности использования принципа создания композиционных материалов на основе пористого стекла. Так, показано, что введение добавок tantalа приводит к росту интенсивности люминесценции в ИК-области в висмутовых волокнах;
4. Создана технология волоконных световодов, содержащих ионы церия, которые могут быть использованы в дозиметрических датчиках γ-излучения.

Достоверность и методы исследования. Достоверность и надежность представленных в диссертации результатов обеспечивается использованием современного оборудования, грамотным проведением экспериментов, сравнением результатов работы с экспериментальными данными других групп и подтверждается аprobацией работы в научных статьях и на конференциях. Состав и чистота используемых реагентов подтверждаются паспортами образцов, составленными производителями.

Опубликование и представление результатов диссертации. Основные результаты в полной мере изложены автором в 5 статьях, опубликованных в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК, базы цитирования Scopus и Web of Science, а также апробированы 7 докладами на международных и всероссийских конференциях.

Содержание работы. Диссертация Пластинина Е.А. посвящена исследованию путей создания активных волоконных световодов для широкого диапазона длин волн на основе допированных висмутом, церием или диспрозием композиционных кварцевых волокон. Автор использовал идею создания композиций из пористого стекла, технология которого была разработана в прошлом веке. Диссертация направлена на использование принципов создания композиционных материалов на основе введения в поры нанопористых стёкол редкоземельных элементов и висмута из растворов солей.

Диссертация состоит из 6 глав общим объёмом 148 страниц, содержит 71 рисунок и 8 таблиц. Список литературы состоит из 134 источников.

Введение описывает актуальность работы, цели и задачи работы, научную новизну, теоретическую и практическую значимость работы, методологию и методы исследования. Перечислены защищаемые положения.

В **первой главе** диссертации приведен обзор литературы по теме исследования. Описаны нанопористые стёкла с точки зрения состава и структуры. Приведены люминесцентные характеристики стёкол, легированных висмутом, церием или диспрозием, а также описаны основные последние научные достижения, связанные с ними.

Во **второй главе** диссертации описаны использованные в работе образцы пористых стёкол и методов их исследования. Описана общая схема легирования пористых стёкол растворами солей редкоземельных элементов или висмута.

В **третьей главе** диссертации исследованы состав и структура нанопористых стёкол: «Corning», «Wuhan» и «РХТУ». Автором определено, что нанопористое стекло обладает приемлемыми физико-химическими свойствами, если содержание бора не превышает 1.73 вес.%, а натрия 0.22 вес.%.

Четвёртая глава диссертации посвящена легированию нанопористых стёкол висмутом. Описан процесс пропитывания пористых стёкол нитратом висмута с дальнейшей коалесценцией пор. Изготовлена серия объёмных образцов стёкол с висмутом с концентрацией до 0.8 ат.%. Данный метод позволил получить стёкла без признаков кластеризации с концентрацией висмута на порядок больше, чем в MCVD-процессе. Спектрально-люминесцентные свойства консолидированных пористых стёкол с висмутом такие же, как у MCVD-стёкол. Спектр люминесценции в основном содержит полосы люминесценции, типичные для висмутовых активных центров, ассоциированных с алюминием. Впервые были изготовлены световоды с сердцевиной из консолидированного нанопористого стекла с висмутом. Их люминесцентные свойства сравнимы со свойствами световодов, изготовленных по технологии MCVD.

Отдельно рассмотрено влияние солегирования нанопористых стёкол висмутом и tantalом. Добавление tantalа провоцирует образование большей доли висмутовых активных центров, ассоциированных с алюминием, за счёт уменьшения доли других типов висмутовых центров. Это приводит к увеличению интенсивности соответствующей инфракрасной люминесценции на порядок.

Пятая глава диссертации посвящена легированию нанопористых стёкол церием с помощью селената церия. Рассмотрено термическое разложение селената церия. Селенат

церия подходит для процесса легирования, так как весь селен улетучивается к 1000°C, что меньше температуры консолидации стекла. С помощью пропитывания и коалесценции пор удалось ввести до 0.07 ат.% церия. Предварительное удаление объёма стекла при травлении плавиковой кислотой позволило повысить концентрацию церия до 0.6 ат.%. Экспериментально установлено влияние высокотемпературного (>1600°C) нагрева на структурные и люминесцентные свойства консолидированного нанопористого стекла с церием, в частности, обнаружена конверсия ионов Ce⁴⁺ в Ce³⁺. Впервые изготовлен световод с сердцевиной из консолидированного нанопористого стекла, легированного церием. В них наблюдался эффект радиолюминесценции при облучении γ-излучением. Данная технология позволяет изготавливать световоды с церием для создания дозиметрических датчиков γ-излучения.

Шестая глава диссертации посвящена легированию нанопористых стёкол диспрозием. Описан процесс пропитывания нитратом диспрозия с дальнейшей консолидацией нанопористых стёкол. В серии объёмных образцов с концентрацией диспрозия до 0.21 ат.% было установлено, что с точки зрения структуры и люминесцентных свойства оптимальная концентрация диспрозия составляет 0.05-0.08 ат.%. Впервые изготовлен световод с сердцевиной из нанопористого стекла, легированного диспрозием. Процесс вытяжки не влияет на люминесцентные свойства изготовленного световода.

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы.

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, обеспечивается за счёт исследования образцов стёкол и световодов на сертифицированном оборудовании для спектрально-люминесцентного и структурного анализа. Состав и чистота используемых в работе реактивов подтверждаются паспортами образцов, предоставленными производителями. В диссертации приведён анализ большого числа научных работ отечественных и зарубежных исследователей как по теме образования нанопористых стёкол, так и по теме легирования стёкол висмутом, церием или диспрозием для получения волоконных световодов. Научные положения и выводы диссертации подкреплены публикациями в рецензируемых журналах и тезисами докладов.

В качестве замечаний можно выделить следующее:

1. В литературном обзоре проигнорированы достижения научных групп из Государственного оптического института им. С. И. Вавилова, Института химии силикатов им. И. В. Гребенщикова и университета ИТМО в области нанопористых стёкол и композиционных материалов на их основе.
2. Также в литературном обзоре отсутствуют работы Педро Маседо о создании первых волоконных световодов на основе нанопористых стёкол.
3. Автор приводит для характеристики пористой структуры использованных стёкол размеры пор и долю пористого объёма, однако отсутствуют сами изотермы адсорбции азота. Это не позволяет составить полной картины об использованных в работе стёклах.
4. В работе не обсуждаются важный, на мой взгляд, вопрос процесса пропитывания нанопористых стёкол. Возможно, следовало сделать хроматографию стёкол в каждой стадии пропитывания, чтобы лучше понимать, какие процессы происходят внутри пор.
5. В работе не измерялся показатель преломления световода, который может отличаться от показателя преформы.
6. Сожаление вызывает построение работы на основе пористых стёкол иностранного происхождения, хотя в России давно была создана технология стекла ДВ1-м и ДВ1-ш, которые нашли широкое практическое применение.

Все указанные замечания не уменьшают значимость работы и во многом носят рекомендательный характер.

Заключение. Диссертация Пластинина Евгения Александровича «Волоконные световоды с сердцевиной на основе консолидированного нанопористого стекла, легированного висмутом, церием или диспрозием» вносит ценный вклад в оптическое материаловедение и технологию активных волоконных световодов. Работа выполнена на высоком научном уровне, и полностью соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук в соответствии с действующим «Положением о присуждении учёных степеней», утвержденном постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г. в текущей редакции. Содержание диссертации соответствует паспорту специальности 1.3.19. Лазерная физика, в частности: п.1 «Лазеры и лазерная оптика; новые лазерные среды и новые лазерные источники; лазерные системы» и п.8 «Оптическая обработка информации; фурье-оптика; обработка сигналов; волоконная оптика и оптическая связь; оптоэлектроника; обработка изображений».

Считаю, что автор диссертации Пластинин Евгений Александрович заслуживает присуждения учёной степени кандидата физико-математических наук специальности 1.3.19. Лазерная физика.

Официальный оппонент:

Мешковский Игорь Касьянович,
доктор технических наук по специальности 01.04.07 – Физика твёрдого тела, ведущий профессор, директор научно-исследовательского центра световодной фотоники федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский университет ИТМО» (НИУ ИТМО)

Почтовый адрес: 197101, г. Санкт-Петербург, Кронверкский проспект, д. 49
Телефон +7 (921)9021804, эл. почта: igorkm@itmo.ru

Мешковский И.К.

Дата, подпись
19.08.2024

19.08.2024