

**Акционерное общество
«Научно-производственное
объединение
Государственный оптический
институт им. С.И. Вавилова»
(АО «НПО ГОИ им. С.И. Вавилова»)
ИНН/КПП 7811483834/781101001,
ОКПО 07505944,
ОГРН 1117847038121
ул. Бабушкина, д.36, корпус 1,
Санкт-Петербург, 192171
тел.: (812) 386-73-16,
факс: (812) 560-10-22;
e-mail: info@goi.ru**

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора –
заместитель по научной работе
АО «НПО ГОИ им. С.И. Вавилова»

— / К.В. Дукельский /
05.07.2024

ОТЗЫВ

ведущей организации Акционерное общество «Научно-производственное объединение Государственный оптический институт им. С. И. Вавилова» на диссертационную работу 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 1.3.19. – «Лазерная физика».

Актуальность темы исследования

На сегодняшний день основной технологией получения высокочистых стёкол для волоконной оптики являются методы осаждения из газовой фазы (MCVD, OVD, VAD), позволяющие получать материал с долей примесей менее 1 ppb. Газофазные методы, несмотря на хороший технологический задел, имеют свои пределы применимости при изготовлении сильнолегированных стёкол. При использовании данных методов для получения стёкол с высокой концентрацией активирующих допантов могут проявляться кластеризационные эффекты, связанные со взаимным расположением легирующих ионов в матрице стекла. Все это приводит к необходимости разработки новых методов получения высоколегированных стёкол, в которых легирующие ионы будут пространственно разнесены.

Одним из альтернативных подходов к решению указанной задачи является применение нанопористых стекол, которые представляют собой стеклянный каркас, пронизанный порами с характерным размером от 1 до 100 нм. Их модификация с помощью пронитывания легирующими веществами позволяет получать стёкла с необходимыми люминесцентными свойствами. При этом изначальная пористая структура позволяет пространственно разделить легирующие ионы, подавив возникновение кластеризационных эффек-

тов. Более того, вариация условий (температуры и атмосферы) консолидации легированных нанопористых стёкол позволяет стабилизировать активирующие ионы в необходимом состоянии. В результате могут быть получены высокоэффективные активные материалы для волоконной оптики, способные работать в ультрафиолетовой, видимой или инфракрасной областях спектра. Тем не менее, при кажущейся простоте процесса, остаются открытыми как вопросы выбора оптимального состава нанопористых стёкол, удовлетворяющих требованиям изготовления волоконных световодов, так и вопросы, связанные с легированием каждым конкретным элементом, в том числе и его поведения (в частности, висмута / редкоземельных элементов) при введении его в нанопористое стекло с дальнейшей консолидацией и изготовлением волоконных световодов на их основе.

Вышесказанное обуславливает актуальность диссертационной работы Пластинина Е.В., непосредственно посвященной поисковым исследованиям по разработке методов получения и исследованиям спектрально-люминесцентных характеристик волоконных световодов, сердцевина которых изготовлена на основе нанопористых стёкол, легированных висмутом, церием или диспрозием. В представленной автором к защите диссертации исследованы различные нанопористые стёкла, что позволило определить необходимые требования к их составу применительно именно к волоконной оптике. Кроме того, разработан процесс пропитывания нанопористых стёкол прекурсорами, содержащими висмут, церий или диспрозий. Исследованы свойства полученных консолидированных стёкол и волоконных световодов на их основе, особо актуальных для волоконных лазеров и усилителей соответствующего (в зависимости от легирующей добавки) рабочего диапазона длин волн и востребованных в частных практических приложениях таких научно-технических направлений, как оптическое/оптико-электронное приборостроение, медицинская техника, лазерная техника, промышленная обработка материалов, навигационные системы, транспорт, изделия военной техники, контроль и мониторинг состояния окружающей среды и др. Таким образом, по совокупности формальных признаков тематика исследования соответствует направлениям Н1, Н3, Н5 и Н7 Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации, утвержденной Указом Президента Российской Федерации от 24 февраля 2024 г. №145 «О Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации» и его предыдущей редакции от 1 декабря 2016 г. № 642, приоритетным направлениям научно-технического развития №2, 5, критическим технологиям №6, 11, 15, 19 и сквозным технологиям №23,2 4 из списка приоритетных направлений научно-технологического развития и перечня важнейших наукоемких технологий, утвержденного Указом Президента РФ №529 от 18.06.2024 г., что также подтверждает актуальность диссертационного исследования.

Оценка структуры и содержания работы

Диссертационная работа Пластинина Е.А. состоит из введения, шести глав, заключения, списка используемых сокращений и списка цитируемой литературы. Текст исследо-

вания представлен на 148 страницах, содержит 71 рисунок и 8 таблиц. Список литературы включает 134 наименования.

Во **введении** сформулированы цель и задачи работы, научная новизна, показана теоретическая и практическая значимость работы, приведена методология и методы исследования, обозначены положения, выносимые автором на защиту.

Первая глава посвящена обзору литературы по теме исследования. Подробно рассмотрен механизм образования нанопористых стёкол при двухфазном разделении щелочноборосиликатного стекла. Для случая легирования висмутом приведена история получения волоконных световодов и описаны возникающие в них люминесцирующие центры. Для стёкол, легированных церием, описан механизм радиолюминесценции и рассмотрена история исследований световодов на их основе. В случае легирования диспрозием описан механизм возникновения жёлтой люминесценции и возникающей кросс-релаксации. Приведен обзор получения различных лазерных материалов с диспрозием, генерирующих жёлтое лазерное излучение.

Во **второй главе** приведено описание использованных в работе нанопористых стёкол, технологии получения волоконных световодов на их основе и методов их исследования. Представлена общая схема легирования нанопористых стёкол растворами редкоземельных элементов.

В **третьей главе** рассмотрен вопрос применимости трёх марок нанопористых стёкол для изготовления волоконных световодов на их основе. Установлено, что консолидированное нанопористое стекло должно быть физико-химически устойчивым к нагреву до 2000°C, что достигается при содержании бора до 1.73 вес.% и натрия до 0.22 вес.%. Установлены основные пористые характеристики нанопористых стёкол, использованных в дальнейшей работе.

В **четвертой главе** рассмотрено легирование висмутом нанопористых стёкол, их консолидация и создание волоконных световодов с сердцевиной на их основе. Подробно описан метод синтеза консолидированных нанопористых стёкол, легированных висмутом. Экспериментально показано, что данный метод позволяет достичь концентрации висмута 0.85 ат.% без признаков кластеризации, что более, чем на порядок превосходит стёкла с висмутом, получаемые по MCVD технологии. Спектрально-люминесцентные свойства таких стёкол и световодов на их основе сравнимы с свойствами MCVD стёкол с висмутом. Впервые получены волоконные световоды, легированные висмутом, с сердцевиной из нанопористого стекла. Установлен факт, что солегирование висмутом и tantalом нанопористых стёкол позволяет увеличить наблюдаемую интенсивность висмутовых активных центров, ассоциированных с алюминием.

В **пятой главе** рассмотрен вопрос получения и исследования нанопористых стёкол и световодов на их основе, легированных церием. Описан метод синтеза консолидированных нанопористых стёкол с церием. Экспериментально показано, что селенаты наравне с хлоридами и нитратами могут быть использованы для легирования нанопористых стёкол.

В использованных нанопористых стёклах удалось достичь концентрации церия 0.07 ат.%, а с помощью дополнительного проплавления плавиковой кислотой довести её до 0.6 ат.%. Установлен факт, что высокотемпературный нагрев (более 1600°C) консолидированного нанопористого стекла позволяет гомогенизировать его состав и трансформировать часть неактивных ионов Ce⁴⁺ в активное состояние Ce³⁺. Впервые изготовлены волоконные световоды, легированные церием, на основе нанопористого стекла. Экспериментально показано, что они обладают люминесцентным откликом на γ-излучение сравнимым со световодами, легированными церием, изготовленными другими методами (золь-гель и MCVD).

В шестой главе рассмотрен вопрос легирования нанопористых стёкол диспрозием и создание световода с сердцевиной на их основе. Описан метод синтеза консолидированных нанопористых стёкол с диспрозием. В использованных нанопористых стёклах удалось достичь концентрации диспрозия 0.21 ат.%. Установлено, что с точки зрения структуры и люминесценции оптимальная концентрация диспрозия составляет 0.05-0.08 ат.%. Впервые изготовлен световод с диспрозием с сердцевиной на основе нанопористых стёкол. Установлено, что люминесцентные свойства сохраняются после вытяжки световода. Люминесцентные свойства аналогичны свойствам световодов со схожими стеклянными матрицами, полученными другими методами.

В **заключении** представлены основные результаты и выводы работы.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Обоснованность результатов диссертационного исследования подтверждена применением известных теоретических положений и экспериментальной верификацией с применением сертифицированного метрологического оборудования и ратифицированных методик измерения. Состав и чистота используемых в работе реактивов подтверждаются паспортами образцов, предоставленными производителями. В диссертации изучено и критически проанализировано достаточно большое количество научных работ отечественных и зарубежных исследователей, посвященных вопросам механизма образования нанопористых стёкол, а также получения и исследования свойств и характеристик волоконных световодов, легированных висмутом, церием, диспрозием.

Научная новизна полученных результатов

Научная новизна результатов диссертационной работы заключается в следующем:

- Установлены необходимые требования к составу нанопористых стёкол, при соответствии которым они могут быть использованы для изготовления волоконных световодов. Отбор подходящих нанопористых стёкол позволил впервые изготовить на их основе сердцевины волоконных световодов, легированные висмутом, церием или диспрозием.

- Легирование висмутом нанопористых стёкол позволило добиться рекордной концентрации (0.85 ат.%) висмута в стекле, при которой не наблюдалось эффектов его класте-

ризации. Дополнительное солегирование висмута и тантала в нанопористом стекле позволило увеличить интенсивность люминесценции висмутовых активных центров, ассоциированных с алюминием, за счёт увеличения их доли среди остальных висмутовых центров.

Полученные результаты существенно расширили представление о методах получения активных материалов для волоконной оптики, что представляет как фундаментальный, так и практический интерес.

Теоретическая и практическая значимость полученных автором результатов состоит в определении предельных концентраций бора и натрия в нанопористом стекле, которое может быть использовано для создания легированных волоконных световодов. Также важным установленным фактом является позитивное влияние тантала при солегировании с висмутом на его люминесцентные свойства в кварцевом стекле. Вместе с увеличением вводимой концентрации висмута, при которой не наблюдается кластеризации, солегирование tantalом позволит увеличить эффективность волоконных лазеров и усилителей на основе висмута.

Стоит также отметить радиolumинесцентные свойства волоконных световодов с сердцевиной на основе консолидированного нанопористого стекла с церием, которые позволяют в будущем использовать их в качестве сцинтиляционных датчиков γ -излучения.

Легирование диспрозием нанопористых стёкол позволяет получать в них интенсивную жёлтую люминесценцию на длине волны 586 нм, которая может быть использована для создания волоконных лазеров видимого диапазона.

Результаты и выводы, приведенные в диссертации, могут быть рекомендованы к использованию при создании новых активных волоконных материалов, люминесцирующих в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра, а данные о нанопористых стёклах позволяют оптимизировать их состав и структуру для практических приложений волоконной оптики.

Апробация полученных результатов

Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 6 профильных научных мероприятий (конференциях и научных школах): 61-я Всероссийская научная конференция МФТИ (г. Долгопрудный, 2018 год); Всероссийская конференция по волоконной оптике «ВКВО-2019» и «ВКВО-2021» (г. Пермь, 2019 и 2021 год соответственно); XVII Всероссийская школа-семинар «Физика и применение микроволн» имени профессора А.П. Сухорукова (г. Можайск, 2019 год); IX Международная конференция по фотонике и информационной оптике (г. Москва, 2020 год); Школьно-конференция молодых учёных «Прохоровские недели» (г. Москва, 2020 год).

По теме диссертации опубликовано 5 печатных работ в рецензируемых научных изданиях, входящих в перечень ВАК, а также индексируемых в базах данных цитирования

Web of Science и Scopus, и 7 тезисов докладов на международных и российских научных мероприятиях.

Замечания по диссертационной работе

1. Из текста диссертации не совсем понятно, оказывает ли влияние введение легирующей примеси на исходную концентрацию и размеры нанопор? Каков характер этого влияния?
2. В п.п. 4.2., посвященному вопросам изготовления и исследования преформ из пористого стекла, легированного висмутом, а также вытянутых из них оптических волокон, отмечается, что «...в данном световоде генерации получить так и не удалось» (стр. 87). При этом, например, также указано, что «...потери исследовались в присутствии мощного излучения иттербийевого лазера на длине волны 1058 нм и без него» (стр. 86), однако данные о мощности лазера не приведены. В связи с чем возникает предположение, что искомую генерацию можно было бы попробовать получить путем использования более мощных источников оптического излучения накачки.
3. В диссертации не приведены сведения о длинах изготовленных (вытянутых из преформ пористого стекла, легированного висмутом, церием или диспрозием) опытных образцов волоконных световодов. Это, соответственно, вызывает определенные вопросы корректности проведения измерения коэффициента затухания полученных оптических волокон заявленным методом обрывá (в диссертации обозначен как метод «cut-back»).
4. Достаточно большой объем реферативной части – первая глава, посвященная аналитическому обзору современного состояния вопроса исследований, занимает более 30% диссертации.
5. Следовало бы включить дополнительный подраздел, посвященный потенциальнym возможностям практического применения разработанных стекол, преформ и полученных из них волоконных световодов, учитывая их выявленные уникальные свойства и характеристики, в том числе и с точки зрения коммерциализации – это только усилило бы диссертацию.

Отмеченные недостатки носят частный характер, не снижают научную значимость диссертационной работы Пластинина Е.А. и не влияют на общую положительную оценку проведенного исследования.

Соответствие паспорту специальности

Диссертационная работа Пластинина Е.А. выполнена в области лазерной физики и посвящена разработке новых методов получения лазерных материалов на основе легированных консолидированных нанопористых стёкол для нужд волоконной оптики, соответ-

ствует паспорту специальности 1.3.19. – «Лазерная физика», в том числе, в части области исследований по следующим пунктам:

«1. Лазеры и лазерная оптика; новые лазерные среды и новые лазерные источники; лазерные системы»;

«8. Оптическая обработка информации; Фурье-оптика; обработка сигналов; волоконная оптика и оптическая связь; оптоэлектроника; обработка изображений»;

Заключение

Диссертация Пластинина Е.А., представленная на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение актуальной задачи разработки физико-химических основ получения и исследованию спектрально-люминесцентных характеристик волоконных световодов, сердцевина которых изготовлена на основе нанопористых стёкол, легированных висмутом, церием или диспрозием. Результаты работы Пластинина Е.А. имеют важное значение для развития лазерной физики в части получения новых материалов для данного научного направления и его практических приложений.

Диссертация Пластинина Е.А. является законченным научным исследованием, обладающим научной новизной и практической значимостью, соответствует установленным критериям п. 9 – 14 «Положения о присуждении ученых степеней» постановления Правительства Российской Федерации №842 от 24.09.2013 г. в текущей редакции, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.19. – «Лазерная физика».

Отзыв составлен:

доктор технических наук, доцент,
Бурдин Антон Владимирович,
советник генерального директора по инновациям

05.07.24

диссертация на соискание ученой степени д.т.н. защищена по специальности 2.2.15. (05.12.13) – «Системы, сети и устройства телекоммуникаций»

кандидат технических наук,
Тер-Нерсесянц Егише Вавикович,
начальник Научного Отделения №б «Волокно»

05.07.24

диссертация на соискание ученой степени к.т.н. защищена по специальности 2.2.6. (05.11.07) – «Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы»

Доклад соискателя по диссертационной работе был заслушан на заседании Научно-Технического Совета (НТС) АО «НПО ГОИ им. С.И. Вавилова» 29 мая 2024 г., протокол №4. Подготовленный отзыв ведущей организации на диссертационную работу заслушан, обсужден и одобрен на заседании НТС «26» июня 2024 г., протокол №5.

ВРИО ученого секретаря НТС,
кандидат химических наук
Дымшиц Ольга Сергеевна

05.07.24

Личные подписи д.т.н., Бурдина А.В., к.т.н. Тер-Нерсесянца Е.В. ~~и Христины Дымшиц О.С.~~ заверяю

Менеджер по персоналу отдела УПиД

Петровская /

05.07.2024