

Голові разової спеціалізованої
вченої ради Інституту
монокристалів НАН України,
доктору технічних наук, старшій
науковій співробітниці Інституту
монокристалів НАН України
Безкровній Ользі Миколаївні

РЕЦЕНЗІЯ

офіційного рецензента, завідувача відділу оптичних та лазерних кристалів
Інституту монокристалів НАН України, кандидата технічних наук,
старшого дослідника

Ніжанковського Сергія Вікторовича

на дисертацію Тимошенка Арсенія Дмитровича

**«Закономірності формування та структурно-фазовий стан високолегованої
оптичної кераміки YAG:Sm³⁺»**,

подану до захисту у разову спеціалізовану вчену раду Інституту монокристалів
Національної академії наук України на здобуття наукового ступеня доктора
філософії за спеціальністю 132 «Матеріалознавство» з галузі знань 13
«Механічна інженерія».

Актуальність обраної теми дисертації

Підвищення потужності традиційних лазерні середовищ YAG:Nd³⁺ з діодною накачкою, що працюють в режимі модуляції добротності шляхом збільшення поздовжнього розміру активного середовища та відповідними масштабуванням його накачки, призводить до появи паразитних осциляцій та

посиленого спонтанного випромінювання, що значно знижує ефективність лазерної генерації. Одним із найперспективніших методів зменшення впливу цих факторів, є придушення паразитних коливань і посиленого спонтанного випромінювання шляхом використання шарових оболонок на підсилювальному середовищі, тобто шляхом формування композитних середовищ. Основними вимогами, що висуваються до облицювального матеріалу є ефективне придушення паразитних коливань та прозорість на довжині хвилі накачування. Поєднання високого поглинання на довжині хвилі випромінювання YAG:Nd^{3+} лазера та оптична прозорість на довжині хвилі накачування роблять YAG:Sm^{3+} найбільш перспективним кандидатом для використання в якості поглинача паразитних коливань у потужних YAG:Nd^{3+} лазерах. Ключовим завданням є досягнення максимальної оптичної якості YAG:Sm^{3+} за умов високої концентрації легування, зберігаючи при цьому максимальну оптичну якість кераміки. Встановлення закономірностей формування високолегованої оптичної кераміки YAG:Sm^{3+} є важливою матеріалознавчою задачею, яка й визначила напрямки досліджень даної дисертаційної роботи.

Загальна характеристика роботи та отриманих у ній результатів

Загальний обсяг дисертаційної роботи становить 133 сторінки та складається з анотації, вступу, 5 розділів, списку використаних джерел, що містить 101 посилання, 3 додатки, 62 рисунки, 7 таблиць.

У першому розділі дисертаційної роботи проведено огляд літературних джерел за останні роки за напрямком досліджень. Показано перспективність використання YAG:Sm^{3+} в якості поглинача паразитного випромінювання для YAG:Nd^{3+} лазера. Обґрунтовано необхідність дослідження процесів формування оптичної високолегованої кераміки YAG:Sm^{3+} .

У другому розділі дисертаційного дослідження наведено опис обладнання та методики виготовлення оптичної кераміки, характеристики їх структурних та оптичних властивостей.

У третьому розділі дисертаційної роботи описано залежність структурно-фазового стану та оптичних властивостей кераміки від умов консолідації. Оптимізовано фізико-технологічні параметри синтезу кераміки YAG:Sm^{3+} оптичної якості, методом реакційного спікання у вакуумі.

Четвертий розділ дисертаційної роботи присвячено дослідженню умов формування високолегованої оптичної кераміки YAG:Sm^{3+} та впливу концентрації легуючої домішки на оптичні властивості та структурно-фазовий стан кераміки.

В п'ятому розділі дисертаційного роботи досліджено вплив різних концентрацій комплексної домішки Si^{4+} та Mg^{2+} на процеси спікання, формування мікроструктури та оптичні властивості кераміки $\text{YAG}(\text{Si}^{4+},\text{Mg}^{2+})$ та YAG:Sm^{3+} 3 ат. % ($\text{Si}^{4+},\text{Mg}^{2+}$).

Висновки дисертаційної роботи повністю відповідають поставленій меті дослідження та змісту представлених результатів.

Ступінь обґрунтованості та достовірності отриманих здобувачем наукових результатів не викликає сумнівів оскільки ґрунтуються на обширних експериментальних дослідженнях, проведених на сучасному рівні з використанням високотехнологічного обладнання.

Значимість дослідження для науки і практики

Наукова новизна отриманих результатів базується на комплексному дослідженні фізико-технологічних умов синтезу високолегованої оптичної кераміки YAG:Sm^{3+} , а також визначенні закономірностей формування її фазового складу, структури та оптичних властивостей.

- Оптимізовано технологічний маршрут отримання оптичної кераміки YAG:Sm³⁺ (5 ат.%), що виключає аномальний ріст зерен під час консолідації та забезпечує ефективне видалення залишкових пор по розвиненій системі міжзеренних меж з характерним розміром кристалітів близько 20 мкм. Реалізовано умови отримання монофазної високолегованої кераміки YAG:Sm³⁺ із вмістом іонів самарію ≤9 ат.%. За вищих концентрацій відбувається частковий розпад пересиченого твердого розчину заміщення з утворенням самарій-вмісної домішкової фази по границях зерен кераміки. Це збільшує оптичні втрати через розсіювання світла на межах розділу матричної та вторинної фаз, що мають різні коефіцієнти оптичного заломлення.
- Показано, що розширення ліній поглинання в діапазоні 1050-1100 нм (⁶H_{5/2}→⁶F_{9/2} переходи іонів Sm³⁺) зі збільшенням концентрації іонів Sm³⁺ з 3 до 15 ат.% відбувається за рахунок підвищення інтенсивності сателітів та зростання напівширини спектральних ліній. Монофазна кераміка YAG:Sm³⁺ (9 ат.%) демонструє коефіцієнт оптичного поглинання α=4,5 см⁻¹ на довжині хвилі випромінювання YAG:Nd³⁺ лазера.
- Показано, що сумісне легування оптичної кераміки YAG, YAG:Sm³⁺ (3 ат.%) неізовалентними домішками Si⁴⁺+Mg²⁺ у співвідношенні C_{Si}/C_{Mg}=1,6 активує процеси протидифузії, а також сприяє ефективному ущільненню за рахунок формування дефектів в катіонній підгратці, що контролюють дифузійні процеси в сполуках зі структурою гранату. Також визначено, що формування електрично нейтральних комплексів $Mg'_{Al(octa)} + Si_{Al(tetra)}$ у сусідніх вузлах кристалічної ґратки, які не вносять вклад в підвищення дифузійної рухливості за вакансійним механізмом, має наслідком деградацію оптичної прозорості через аномальне зростання залишкової пористості керамік YAG, YAG:Sm³⁺ (3 ат.%) із C_{Si}/C_{Mg}=1.

Практичне значення отриманих результатів

Оптимізовано базовий підхід та визначено основні фізико-технологічні параметри синтезу оптичної кераміки YAG:Sm^{3+} для поглиначів паразитного випромінювання неодимових лазерів методом реакційного спікання та одержано монофазну високолеговану оптичну кераміку YAG:Sm^{3+} (9 ат.%) із рекордним значенням коефіцієнту оптичного поглинання $\alpha \approx 4,5 \text{ см}^{-1}$ на довжині хвилі 1064 нм. Визначено кількісний вміст комплексної домішки $\text{Si}^{4+}+\text{Mg}^{2+}$, що сприяє спіканню (0,071 ат.% Si^{4+} , 0,044 ат.% Mg^{2+}), який забезпечує зниження оптичних втрат кераміки YAG:Sm^{3+} у три рази у порівнянні із такою, отриманою з традиційною домішкою Si^{4+} .

Отримані в дисертаційній роботі результати є практично корисними для застосування у лазерній техніці та в подальших наукових дослідженнях.

Дискусійні положення та зауваження до дисертації

1. В дисертаційній роботі було розроблено умови спікання та одержано монофазну кераміку YAG:Sm з приблизно однаковим рівнем оптичних втрат $\approx 0,06-0,09 \text{ см}^{-1}$ на довжині хвилі 808 нм (табл. 4.4) для концентрацій самарію до 9 ат.%. Не зовсім зрозуміло, навіщо було відокремлювати та виносити пункт наукової новизни 1, щодо отримання кераміки з концентрацією $\text{Sm} = 5 \text{ ат.}\%$ окремо від більш загального результату?
2. В пункті 3 наукової новизни стверджується, “що розширення ліній поглинання в діапазоні 1050-1100 нм ($6\text{H}5/2 \rightarrow 6\text{F}9/2$ переходи іонів Sm^{3+}) зі збільшенням концентрації іонів Sm^{3+} з 3 до 15 ат.% відбувається за рахунок підвищення інтенсивності сателітів та зростання напівширини спектральних ліній”. Звісно, що при збільшенні концентрації самарію буде збільшуватись інтенсивність їх полос оптичного поглинання. Крім того, розширення ліній поглинання не відбувається за рахунок зростання їхньої напівширини. Чи можна вказати фізичний механізм, що призводить до таких наслідків?

3. Для характеристики оптичних втрат в зразках кераміки використовувалось лише вимірювання оптичного пропускання, яке є чутливим не лише до об'ємної досконалості, але й до якості полірування та чистоти поверхні. Особливо це чутливо для тонких зразків, що використовувались, при вимірюванні малих значень коефіцієнту поглинання на рівні $\sim 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ та менше, що може призводити до помітної похибки. Головною причиною оптичних втрат в об'єми кераміки є утворення пор. Тому, на мій погляд, було б доцільним встановлювати також середні концентрації пор та їх розмірів в залежності від умов отримання. Чи проводились подібні вимірювання і які значення було отримано?
4. Здобувачем було встановлено, що оптимальною температурою для спікання кераміки YAG:Sm є 1725°C (10 год). При температурах $\geq 1800^\circ\text{C}$ відбувається аномальний ріст зерен, що може супроводжуватись захватом пор в об'єм зерна, та унеможливає досягнення отримання кераміки високої оптичної якості. В той же час, для отримання комбінованої кераміки YAG:Sm³⁺/YAG:Nd³⁺/YAG:Sm³⁺ методом дифузійного зварювання було застосовано подібні температурні умови (1800°C , 5 год), але при цьому відзначається покращення оптичної якості кераміки. Чи не протирічить це попередньому висновку? Та яким чином ефект повторного відпалу можливо пояснити?

Однак, поставлені питання та зазначені зауваження не впливають за загальне позитивне враження від роботи, яка є завершеним науковим дослідженням та виконана на високому науковому рівні. Представлені в дисертаційній роботі результати важливі для розвитку матеріалознавства, зокрема, в галузі технології отримання оптичної кераміки з керованими функціональними параметрами для розвитку сучасної лазерної техніки та науки.

Відсутність порушень академічної доброчесності

У дисертації та наукових публікаціях Тимошенка Арсенія Дмитровича відсутні порушення академічної доброчесності.

Загальний висновок та оцінка дисертації

Вважаю, що за актуальністю, новизною, рівнем і достовірністю отриманих наукових результатів дисертація Тимошенка Арсенія Дмитровича «Закономірності формування та структурно-фазовий стан високолегованої оптичної кераміки YAG:Sm³⁺» повністю відповідає всім вимогам «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44, а її автор, Тимошенко Арсеній Дмитрович, безумовно заслуговує присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 Матеріалознавство в галузі знань 13 Механічна інженерія.

Офіційний рецензент

кандидат технічних наук, старший дослідник,
завідувач відділу оптичних та лазерних
кристалів Інституту монокристалів
Національної академії наук України

Сергій НИЖАНКОВСЬКИЙ

Підпис Ніжанковського С.В.

Засвідчує

Угерій секретар
ІМКС НАН України



Косієнчик Ю.М.