

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

кандидата физико-математических наук Спириной Альфии Виликовны на диссертацию Кондрашина Владислава Максимовича «Технология получения радиационноустойчивых монокристаллов, керамики и световодов галогенидов таллия и серебра», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Актуальность темы диссертации

Материалы на основе галогенидов таллия и серебра в виде монокристаллов или поликристаллических волоконных световодов широко используются в инфракрасной и лазерной технике, в акустооптике, в приборах по регистрации ионизирующих излучений. Эти уникальные системы имеют равномерную прозрачность в очень широком диапазоне длин волн и высокие коэффициенты пропускания, они обладают механической, вибрационной прочностью, а также химической и влагостойкостью. Данные материалы уже давно зарекомендовали себя. Однако имеются ограничения по их использованию. Галогениды серебра фоточувствительны, их оптические свойства неустойчивы под действием ионизирующих излучений. А вот радиационноустойчивые монокристаллы на основе галогенидов таллия разрушаются вследствие рекристаллизации зерен. Создание же системы на основе твердых растворов галогенидов таллия и серебра, которые могут сочетать в себе положительные характеристики отдельных двух систем, является трудной задачей, включающей изучение фазовых превращений, определение состава, нахождение гомогенных и гетерогенных областей существования, получение этих веществ и исследование их свойств.

Выбранная Владиславом Максимовичем тема диссертации нацелена на разработку технологии, причем безотходной технологии, получения радиационноустойчивых материалов на основе твердых растворов галогенидов таллия и серебра, что является безусловно актуальной и важной задачей с практической и научной точек зрения.

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

Автор корректно использует известные научные методы обоснования полученных результатов. Достоверность данных, научных положений и выводов обеспечиваются корректностью постановки цели работы, решаемых задач, их обоснованностью, хорошим уровнем экспериментальных исследований с применением современных методов. Кроме того, достоверность обеспечивается непротиворечивостью полученных результатов существующим представлениям по исследованию оптических материалов, в

том числе на основе галогенидов таллия и серебра.

Достоверность положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Диссертант выносит на защиту пять положений, которые были сформулированы по результатам цикла работ. Получение монокристаллов, керамики, световодов, имеющих определенный стехиометричный состав, требует четкой воспроизводимости их получения. Результаты работы по созданию технологии получения материалов на основе твердых растворов галогенидов таллия и серебра внедрены в деятельность научной лаборатории «Волоконных технологий и фотоники», о чём свидетельствуют соответствующий акт внедрения, приведенный в приложении А. Таким образом, в диссертационной работе показаны надежные эксперименты, применяемые методы с указанием погрешности измерений. Достоверность результатов подтверждается и научными работами. По теме диссертации опубликована 21 научная работа, в том числе в 5 статьях в рецензируемых журналах и изданиях согласно перечню ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ и входящих в международные базы данных Scopus и Web of Science, получено 8 патентов РФ на изобретение и 6 свидетельств о регистрации программ для ЭВМ. Была проведена апробация результатов работ на пяти конференциях по оптике.

Все изложенное позволяет сделать заключение о достоверности положений, выносимых на защиту.

Характеристика структуры и содержания диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения, библиографического списка используемой литературы из 165 наименований, изложена на 137 страницах, включая 84 рисунка, 6 таблиц.

Во введении дается краткое обоснование выбора темы диссертации, ее актуальность, сформулирована цель, задачи исследования, изложены положения, выносимые на защиту. Отмечена научная новизна и практическая значимость, приведены методология исследования, степень достоверности полученных результатов, их апробация и личный вклад автора в работу.

В первой главе представлен литературный обзор по фазовым диаграммам твердых растворов разных систем на основе галогенидов таллия и серебра. Рассмотрены различные технологии и методы получения материалов для оптических применений. На основании обзора сделан вывод об использовании в работе метода термозонной кристаллизации, вертикального метода Бриджмена и метода экструзии при получении световодов.

Вторая глава посвящена подробному описанию выбранных в 1 главе

методов с целью реализации их на промышленном оборудовании. Приводится перечень аналитического оборудования, используемых методов и методик для исследования функциональных свойств (дифференциально-термический анализ, рентгенофазовый анализ, оптические методы, сканирующая электронная микроскопия). В главе также описывается методика облучения ионизирующим излучением полученных веществ для изучения их радиационной устойчивости, а также воздействие ультрафиолетовым облучением. Здесь приводятся методики определения показателя преломления, определения сцинтилляционных свойств, оптических потерь в световодах.

Третья глава содержит результаты по построению новых фазовых диаграмм плавкости систем $TiCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ и $TiBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ и результаты рентгенофазового анализа для изучения структуры полученных оптических материалов при разном содержании AgI и $AgCl$. На основе этих данных установлены гомогенная и гетерогенная области для системы $TiCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ при содержании AgI от 0 до 4 мол.% и от 4 до 34 мол.% соответственно. Для системы же $TiBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ обнаружены две гомогенные области: при содержании $AgCl$ от 0 до 4 мол.% и при содержании $TiBr_{0.46}I_{0.54}$ от 0 до 20 мол.%. А гетерогенная область расположена между ними в диапазоне от 4 до 80 мол.% $AgCl$. Таким образом, первое защищаемое положение полностью обосновано в этой главе.

Четвертая глава посвящена получению образцов монокристаллов и керамики, а также исследованию воздействия ионизирующего излучения на них. Сначала рассматривается получение высокочистой шихты методом термозонной кристаллизации, затем показано выращивание монокристаллов из полученной шихты методом Бриджмена. Приводятся фотографии шихты и полученных монокристаллов $TiBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ при разном содержании хлорида серебра (80, 90, 94 мол.%). В главе также описывается технологическая схема получения оптической керамики $TiCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ с рассмотрением режимов синтеза при разном допировании AgI (7, 14, 20, 27 мол.%). Приводится фотография полученных керамик, причем технологическая схема выращивания монокристаллов и керамики позволяет получить готовую продукцию с выходом 90% и 95% соответственно.

В этой же главе приводятся исследования радиационно-оптических свойств керамики и монокристаллов. Описан метод пробоподготовки поликристаллических пластин с помощью горячего прессования в виде пластин, для которых были зарегистрированы спектры пропускания в видимом диапазоне, чтобы показать смещение коротковолновой границы в красную область при увеличении содержания AgI . Для этих образцов на основе края поглощения оценена ширина запрещенной зоны и показатели преломления на крае поглощения и на длине волны генерации CO_2 -лазера. Также приводятся спектры пропускания, зарегистрированные вплоть до 50 мкм, на протяжении

которого не наблюдается окон поглощения. Сделан вывод, что самый широкий диапазон пропускания наблюдается у пластин состава 7 мол.% AgI. Аналогичная процедура была проведена для образцов системы $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$. Здесь также наблюдается сдвиг коротковолнового края поглощения в красную область, но при уменьшении содержания AgCl. Оценены ширина запрещенной зоны и показатели преломления, диапазон пропускания лежит вплоть до 55 мкм.

Изучение устойчивости материала $TlCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ при ионизирующем воздействии суммарной дозой 800 кГр показало, что он является радиационностойким, пропускающая способность снизилась на 10% на длине волны 10,6 мкм, а в дальней ИК-области всего на 3-5%. Монокристаллы $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ облучались дозой 600 кГр, в результате чего в диапазоне 8-32 мкм пропускающая способность не снижается. При увеличении дозы облучения в диапазоне 5-32 мкм пропускающая способность снижается на 7-10%. Ультрафиолетовое воздействие приводит к снижению пропускающей способности на 5-10% и 5-7% для $TlCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ и $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ соответственно. Кроме того, автором показано, что кристаллы системы $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ можно использовать в качестве сцинтилляторов.

Второе, третье и четвертое защищаемые положения обоснованы в данной главе.

В пятой главе описано производство поликристаллических световодов на основе $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$, приведена технологическая схема процесса экструзии световодов, исследованы спектры пропускания, оценены оптические потери на длине волны 10,6 мкм для разных составов.

Пятое защищаемое положение полностью обосновано в данной главе.

Автореферат и опубликованные работы соответствуют содержанию диссертационной работы.

Научная новизна исследования

В работе получены новые справочные данные, а именно фазовые диаграммы систем $TlCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ и $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$, установлены гомогенные и гетерогенные области в них. Зарегистрированы спектры пропускания полученных оптических материалов в широком спектральном диапазоне. Показано, что система $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ обладает сцинтилляционными свойствами. Кроме того, полученные данные позволили синтезировать монокристаллы, керамики и световоды, которые прозрачны в широкой области спектра, не разрушаются из-за рекристаллизации и обладают радиационной устойчивостью.

Замечания по диссертации

Положительно оценивая диссертацию в целом, при прочтении возникли следующие замечания:

1. После главы 2 не сформулированы выводы по ней.
2. В главе 4 в таблицах 4.2 и 4.3 приводятся оптические характеристики керамик $TlCl_{0.74}Br_{0.26}-AgI$ и $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ при разном содержании AgI и $AgCl$ соответственно. В тексте диссертации приводится описание таблицы 4.2, т.е. анализируется изменение оптических показателей от разного количества AgI . Однако таблица 4.3 никак не комментируется в тексте, если учесть, что оптические характеристики системы $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ при увеличении содержания $AgCl$ изменяются по-другому, в сравнении с таблицей 4.2.
3. В главе 4 на рис. 4.31 и 4.32 приводятся спектры люминесценции кристаллических сцинтилляторов системы $TlBr_{0.46}I_{0.54}-AgCl$ для первой (рис. 4.31) и второй (4.32) гомогенных областей. В первой гомогенной области $AgCl$ растворен в количестве от 5 до 10 мол.%, во второй – от 75 до 80 мол.%. В подписях же к рисункам 4.31 и 4.32 указано соотношение по содержанию 75:25 и 80:20 соответственно, т.е. для второй гомогенной области. Каким все-таки областям соответствуют спектры, приведенные на рисунках, имеющие разные кинетические характеристики?

Заключение

Диссертация Кондрашина Владислава Максимовича «Технология получения радиационноустойчивых монокристаллов, керамики и световодов галогенидов таллия и серебра», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком уровне. Решаемые в работе задачи позволили достигнуть цели работы, результаты которой внедрены в деятельность лаборатории по синтезу оптических материалов для создания волоконных систем. Таким образом, работа имеет не только научную новизну, но и важное прикладное значение.

Диссертация и автореферат соответствуют пунктам Паспорта специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов: 11. Физико-химические основы синтеза материалов на основе редких металлов и производства изделий из них.

Автореферат диссертации В.М. Кондрашина полностью соответствует тексту диссертации, отражает ее основное содержание, имеет логически грамотное построение и последовательность изложения результатов исследования.

По результатам диссертационного исследования автором опубликовано

достаточное количество научных работ. Диссертационная работа удовлетворяет требованиям п.9-14 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, а ее автор, Кондрашин Владислав Максимович, заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Официальный оппонент:

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории квантовой электроники Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург

Спирина Альфия Виликовна



Контактная информация:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук (ИЭФ УрО РАН) 620016, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 106, тел.: +7 (343) 267-87-79

адрес электронной почты: rasuleva@iep.uran.ru

«18» октября 2024 г.

Подпись Спириной А.В. заверяю:

Ученый секретарь Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, кандидат физико-математических наук

Кокорина Елена Евгеньевна

