

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.Р.07 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 19/20
решение диссертационного совета
от 28 декабря 2020 года, протокол №1

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Степко Александру Александровичу, представившего диссертационную работу на тему «Алюмоборосиликофосфатные и высококремнеземистые стекла, активированные ионами редкоземельных элементов» по научной специальности 05.17.11 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических веществ.

Принята к защите 25 ноября 2020 года на заседании Аттестационной комиссии РХТУ им. Д.И. Менделеева, протокол № 11.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 8 человек приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 722А от «27» ноября 2020 г.

Соискатель Степко Александр Александрович родился 8 февраля 1991 года. В 2013 году окончил Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева диплом серия ВСА номер 1043874. После получения диплома инженера по специальности «химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» продолжил обучение в аспирантуре на кафедре химической технологии стекла и ситаллов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», которое завершил в 2017 году.

Диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему «Алюмоборосиликофосфатные и высококремнеземистые стекла, активированные ионами редкоземельных элементов» по научной специальности 05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов защитил в 2020 году, в диссертационном совете РХТУ.Р.07, созданном на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Соискатель работает в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» на кафедре химической технологии стекла и ситаллов в должности ведущего инженера.

Диссертация выполнена на кафедре химической технологии стекла и ситаллов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Научный руководитель: профессор, доктор химических наук, заведующий кафедрой химической технологии стекла и ситаллов Сигаев Владимир Николаевич.

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук Семенов Сергей Львович, Руководитель Научного центра волоконной оптики им. Е.М. Дианова РАН – обособленного подразделения федерально-исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН»

доктор технических наук Сысоев Валентин Константинович, Начальник отдела АО «НПО им. С.А. Лавочкина»

кандидат технических наук Гулюкин Михаил Николаевич, Начальник научно-технологического бюро варки оптических сред АО «Лыткаринский завод оптического стекла».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 8 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе в 3 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных.

Основное содержание диссертации изложено в следующих работах:

1) Степко А.А., Савинков В.И., Ковгар В.В., Сигаев В.Н. Фосфатное стекло, активированное ионами Yb^{3+} // Стекло и керамика. – 2016. – №. 11. – С. 7-10. (RSCI WoS)

В работе приведены данные по разработке активированного ионами Yb^{3+} фосфатного стекла и определению влияния концентрации активатора и условий синтеза на спектрально-люминесцентные свойства полученных стекол. Определена оптимальная концентрация ионов активатора, обеспечивающая получение оптической среды с высоким квантовым выходом люминесценции.

2) Степко А.А., Савинков В.И., Жигунов Д.М., Ковгар В.В., Сигаев В.Н. Влияние концентрации ионов Nd^{3+} на спектрально-люминесцентные свойства фосфатного стекла //Стекло и керамика. – 2016. – №. 5. – С. 9-14. (RSCI WoS)

В работе изучено влияние содержания ионов Nd^{3+} на спектрально-люминесцентные, оптические и теплофизические свойства фосфатного стекла (интенсивность, длительность затухания и квантовый выход люминесценции, оптическая плотность, термический коэффициент линейного расширения и температура стеклования. Показана возможность синтеза активированных сред с высокой концентрацией активатора и высоким квантовым выходом.

3) Шахгильдян Г.Ю., Пиянзина, К.И., Степко, А.А., Натыров, А.Н., Михайлов, А.М., Савинков В.И., Сигаев В.Н. Нанопористое стекло с контролируемым размером пор для высокоэффективного синтеза олигонуклеотидов //Стекло и керамика. – 2018. – №. 10. – С. 3 - 9. (RSCI WoS)

Получены нанопористые высококремнеземистые материалы на основе ликвидирующих натриевоборосиликатных стекол. Изучено влияние термической и химической обработки сырьевых стекол на свойства нанопористых материалов. Определены концентрации травильных растворов и температурные режимы химической обработки, позволяющие получать нанопористые стекла с регулярной пористой структурой и узким распределением пор по размерам.

Результаты диссертационной работы апробированы на 5 международных конференциях. Степко А.А. участвовал в подготовке материалов конференций и выступал в качестве докладчика. Опубликовано 5 материалов докладов, в том числе устные доклады Степко А.А. на Международных конгрессах молодых ученых по химии и химической технологии «МКХТ-2015» и «МКХТ-2016» (Степко А. А., Савинков В. И., Ковгар В. В., Сигаев В. Н. Фосфатное стекло, активированное ионами Yb^{3+} , для твердотельных лазеров ближнего ИК-диапазона //Успехи в химии и химической технологии. – 2016. – Т. 30. – №. 7 (176) и Степко А. А., Савинков В. И., Жигунов Д. М., Ветчинников М. П., Сигаев В. Н. Влияние концентрации ионов Nd^{3+} на спектрально-люминесцентные свойства лазерного фосфатного стекла //Успехи в химии и химической технологии. – 2015. – Т. 29. – №. 7 (166)).

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Отзыв на диссертацию официального оппонента, кандидата технических наук, начальника научно-технологического бюро варки оптических сред АО «Лыткаринский завод оптического стекла» Гулюкина Михаила Николаевича.

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость, достоверность и надежность полученных данных, приведен общий обзор работы, и выводы по диссертации.

Замечания по работе:

1) В тексте диссертационной работы имеются опечатки, например на странице 33 имеется ошибочно напечатанная буква «ё», коэффициент нелинейности показателя преломления представлен с размерностью « $\text{м}^2/\text{вт}$ » вместо « $\text{м}^2/\text{Вт}$ ».

2) На странице 79 диссертационной работы имеет место опечатка во фразе «начинают преобладать метафосфатные структурные единицы»

3) В тексте диссертационной работы и автореферате указывается возможность получения стекол исследованных составов в оптическом качестве, однако не указаны результаты определения классов бесцветности и пузырности полученных стекол в соответствии с ГОСТ 23136-93 «Материалы оптические».

4) В диссертационной работе указано, что стекла с увеличенным содержанием V_2O_5 обладают несколько более широкой полосой люминесценции ионов Nd^{3+} , что является плюсом для реализации метода усиления чирпированных импульсов, однако, нет упоминания о негативном влиянии V_2O_5 на интенсивность и квантовый выход люминесценции ионов Nd^{3+} .

Заключение по работе положительное. Отмечено, что диссертационная работа Степко А.А. соответствует паспорту специальности 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», полностью удовлетворяет требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК и «Положению о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

2. Отзыв на диссертацию официального оппонента, доктора технических наук, начальника отдела АО «НПО им. С.А. Лавочкина» Сысоева Валентина Константиновича.

В отзыве оппонент отмечает актуальность представленной диссертационной работы, научную новизну и практическую значимость полученных результатов.

Замечания по работе:

1) Автор в не достаточной мере осветил проблему оптической однородности полученных стекол, хотя заявляет о ней как о задаче исследования.

2) Автор приводит очень много данных по измерению физико-технических характеристик полученных стекол, но не приводит данных по точности измерений этих характеристик, которые порой находятся в узком диапазоне измерений. Так же не приводятся данные по статистике количества синтезированных стекол и повторяемости полученных результатов.

3) Есть некоторые недостатки в оформлении диссертационной работы:

- в списке литературы не все записи оформлены согласно ГОСТ 7.1, например [1] – отсутствует год, страницы, место издания;
- отсутствует список сокращений и условных обозначений, что затрудняет чтение материалов диссертации.

Отмечено, что указанные замечания не снижают общей положительной оценки. Автор диссертационной работы, Степко Александр Александрович, заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

3. Отзыв на диссертацию официального оппонента, доктора физико-математических наук, руководителя Научного центра волоконной оптики им. Е.М. Дианова РАН – обособленного подразделения федерально-исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН» Семенова Сергея Львовича.

В отзыве оппонента отмечены актуальность темы диссертационной работы, отмечены новизна и практическая значимость результатов экспериментов, обоснованность основных выводов по работе.

Замечания по работе:

1) В тексте диссертационной работы имеется ряд опечаток и недочетов оформления. Например, на странице 26 используется размерность cm^{-1} вместо cm^{-1} . На странице 38 в слове «высококремнеземистые» пропущена буква.

2) В описании результатов эксперимента отсутствуют данные по остаточному содержанию Na_2O и V_2O_5 в пористых заготовках при использовании разработанной методики. Сведения о содержании Na_2O и V_2O_5 в заготовках очень важны, для анализа возможности их применения при получении активированных сред на их основе.

3) В методической части указаны аппаратная база и условия записи кинетики люминесценции ионов Yb^{3+} для определения длительности затухания люминесценции, но не указан форм-фактор образцов, что является очень важным. Ввиду наличия на спектрах люминесценции и поглощения ионов Yb^{3+} резонансной полосы большая толщина образца, особенно при высокой концентрации активатора, создает мнимость большой длительности затухания люминесценции за счет многократного перепоглощения и переизлучения энергии возбуждения, что может привести к неверным расчетам значений квантового выхода.

Оппонент отмечает, что сделанные замечания ни в коей мере не влияют на общую положительную оценку данной диссертационной работы, выполненной на высоком научном и техническом уровне, а ее автор, Степко Александр Александрович, заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

4. Отзыв на автореферат диссертации доктора технических наук, профессора, заведующей кафедрой «Общая химия и технология силикатов» ФГБОУ ВО «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова» Яценко Елены Альфредовны.

Замечания по работе:

1) Из текста автореферата не ясно, проводилась ли статистическая обработка получаемых данных о спектрально-люминесцентных свойствах стекол.

Отмечено, что диссертация Степко А.А. выполнена на высоком научном и методическом уровне, а ее автор Степко Александр Александрович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 -Технология силикатных и неметаллических тугоплавких материалов.

5. Отзыв на автореферат диссертации кандидата физико-математических наук, ведущего научного сотрудника ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» Рукавишников Николай Николаевича.

Замечания по работе:

1) Неточная формулировка последствия расширения полосы люминесценции.

2) Непонятно, что такое «пакетные усилители».

3) Малый размер представленных в автореферате иллюстраций, что несколько затрудняет восприятие.

4) Требуются еще дополнительные усилия для экспериментального подтверждения возможности получения высокооднородных крупногабаритных отливок стекол данных составов. Данное замечание не имеет прямого отношения к диссертационной работе, в рамках которой проведение столь масштабных экспериментов не возможно, а является пожеланием реализации данного направления в будущем.

Отмечено, что несмотря на замечания, работа оставляет благоприятное впечатление и выполнена на высоком научном уровне. Автор заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

6. Отзыв на автореферат диссертации доктора технических наук, профессора факультета лазерной фотоники и оптоэлектроники Университета ИТМО Вейко Вадима Павловича.

Замечания по работе:

1) В автореферате не сопоставлены спектрально-люминесцентные свойства исследованных в работе и промышленных стекол, что затрудняет оценку значимости полученных результатов.

2) Имеются погрешности в оформлении графического материала.

Отмечено, что указанные недостатки не являются критическими и не снижают очень высокий уровень представленной работы, а её автор, Степко А.А., заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

7. Отзыв на автореферат диссертации кандидата технических наук, Заместителя начальника отдела АО «НПО Лавочкина» Вятлева Павла Александровича.

Замечания по работе:

1) В автореферате недостаточно рассмотрен вопрос оптической однородности синтезированных стекол.

Указано, что данное замечание не влияет на общую положительную характеристику диссертационного исследования. Отмечена актуальность и научная новизна работы.

8. Отзыв на автореферат диссертации кандидата химических наук, ведущего научного сотрудника лаборатории нанохимии НИИ ФХП БГУ Шевченко Гвидоны Петровны.

Замечания по работе:

1) В тексте автореферата нет обоснования выбора некоторых параметров синтеза нанопористых высококремнеземистых материалов, в частности вида неорганической кислоты и ее концентрации.

Характеристика работы – положительная. Отмечена научная новизна и значимость диссертационной работы.

9. Отзыв на автореферат диссертации доктора физико-математических наук, профессора кафедры №5 «физики и химии» Санкт-Петербургского государственного университета гражданской авиации Старцева Юрия Кузьмича.

Замечания по работе:

1) Приведенное в автореферате изложение методики получения образцов для исследования очень скупо.

2) В тексте автореферата не приведены методы расчета коэффициентов линейного расширения (КЛР) и термостойкости высококремнеземистых стекол.

3) Затруднено восприятие иллюстраций в автореферате из-за малого формата.

Отмечена актуальность, научная новизна и практическая значимость результатов диссертационной работы.

10. Отзыв на автореферат диссертации кандидата технических наук, начальника отдела новых материалов АО «Институт стекла» Павлушкиной Татьяны Константиновны.

Замечания по работе:

1) В автореферате автор приводит составы исследуемых стекол и в масс.% и в мол.%, что на наш взгляд не вполне корректно.

Отмечено, что работа удовлетворяет «Положению о порядке присуждения ученых степеней», а её автор, Степко А.А., заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

11. Отзыв на автореферат диссертации директора научно-производственного комплекса «Стекло» - главного конструктора АО «ОНПП «Технология» им.А.Г. Ромашина» Петрачкова Дмитрия Николаевича и инженера-технолога научно-производственной лаборатории синтеза и разработки изделий из термостойких стекломатериалов оптического качества Рукавичкина Николая Андреевича.

Замечания по работе:

1) Не представлена информация об оценке оптической однородности синтезированных стекол.

Отмечено, что данное замечание не влияет на положительную оценку работы в целом. Отмечена актуальность, практическая значимость и законченность диссертационной работы.

Выбор официальных оппонентов обосновывается их высокой компетентностью, подтвержденной значительным количеством публикаций в области технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов и позволяющей им оценить научную и практическую значимость проведенного исследования, посвященного получению новых люминесцирующих сред с особыми спектрально-люминесцентными и теплофизическими свойствами.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

предложены составы алюмоборосиликофосфатных стекол, обладающих высокоэффективной широкополосной люминесценцией в ближней ИК-области спектра. Исследованы зависимости квантового выхода от концентрации активаторов.

разработана методика синтеза высокооднородных высококремнеземистых пористых заготовок на основе ликвирующих натриево-боросиликатных стекол. Оптимизация параметров проведения процесса позволила существенно увеличить выход годных заготовок и сократить длительность цикла изготовления.

показано, что вариация состава матрицы и введение в состав стекла ионов с высокой поляризующей способностью позволяет получать алюмоборосиликофосфатные стекла, активированные ионами Nd^{3+} с положением пика полосы люминесценции в диапазоне 1051,6 – 1058,2 нм и эффективной шириной полосы люминесценции в интервале 21,2 – 30,5 нм.

получены 3 патента на изобретение РФ, подтверждающие новизну и практическую значимость работы.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

выявлено, что активированные ионами иттербия алюмоборосиликофосфатные стекла обнаруживают отсутствие заметных эффектов сегрегации активатора при концентрациях Yb_2O_3 до 3 мол.%. При дальнейшем повышении содержания Yb_2O_3 наблюдается резкое падение квантового выхода, коррелирующее с образованием в стеклах кластеров размером порядка 1 нм, обнаруженных методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (МУР).

показано, что получение ультраширокой полосы люминесценции в содопированных фосфатных стеклах возможно при соотношении $\text{Nd}^{3+}/\text{Yb}^{3+} = 1-3$ при суммарной концентрации оксидов РЗЭ в стекле не более 5 мол. %.

доказано, что введение в состав высококремнеземистых стекол ионов Nd^{3+} или Yb^{3+} в присутствии ионов Al^{3+} вызывает существенное возрастание интенсивности люминесценции.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны составы стекол, активированных ионами Nd^{3+} , эффективная полуширина полосы люминесценции которых варьируется в пределах 21,2 – 30,5 нм с положением максимума в диапазоне 1051,6 – 1058,2 нм;

разработаны стекла на фосфатной основе: активированные ионами Yb^{3+} с эффективной широкополосной люминесценцией (с барицентром при $\lambda \approx 1000$ нм и малым стоксовым сдвигом ≈ 35 нм между барицентрами полос поглощения и люминесценции) и соактивированные ионами Nd^{3+} и Yb^{3+} , обладающее еще более широкой полосой люминесценции ($\Delta\lambda_{\text{eff}} > 60$ нм), что позволяет использовать их для получения перестраиваемой генерации в широкой спектральной области;

разработана методика синтеза однородных высококремнеземистых нанопористых заготовок, позволяющая получать активированные стекла, обладающие интенсивной люминесценцией вблизи 1 мкм и перспективные в качестве усилительной среды компактных микро-чиповых лазеров;

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ достоверность подтверждается использованием методик эксперимента, соответствующих современному научному уровню. Экспериментальные данные получены на современном сертифицированном оборудовании с использованием современных физико-химических и спектрально-люминесцентных методов анализа. Показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

теория построена на известных, проверяемых данных и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по тематике диссертации, идея работы базируется на анализе передовых работ по тематике и обобщении практического опыта;

установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными из независимых источников;
использованы современные методики определения структуры, оптических, физико-химических и теплофизических свойств полученных материалов.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задач исследований, в подготовке образцов для физических и физико-химических исследований и участии в их проведении, в обсуждении и обработке результатов эксперимента, формулировании основных выводов, подготовке публикаций по выполненной работе, включая доклады на конференциях.

На заседании диссертационного совета РХТУ.Р.07 РХТУ им. Д.И. Менделеева 28.12.2020, принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Степко Александру Александровичу.

Присутствовало на заседании 8 членов диссертационного совета, в том числе докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 8, в том числе в режиме видеоконференции 2.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

«за» 8,
«против» нет,
«воздержались» нет,
«недействительные бюллетени» нет.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь диссертационного совета

Дата «28» 12 2020.



Д.Х.И. проф. И.Х. Аветисов

Д.Х.И. проф. Н.Н. Потапова