

**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

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации
Новиковой Анастасии Валерьевны
«Получение лазерной керамики на основе оксида лютеция
вакуумным спеканием СВС-порошков»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук.
Специальность 1.4.1 – Неорганическая химия.

Цель работы, создание научных основ получения высокоплотной оптической керамики на основе оксида лютеция сочетанием методов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) нанопорошков и их вакуумного спекания, а также исследование люминесцентных свойств полученных керамик и установление возможности их использования для генерации лазерного излучения, является фундаментальной. Ее выполнение позволило автору осуществить обоснованный выбор составов прекурсоров для СВС особо чистых высокодисперсных порошков оксида лютеция, разработать методики СВС порошков оксида лютеция и его твёрдых растворов с оксидами редкоземельных элементов, исследовать основные морфологические и структурные характеристики этих порошков, а также влияние спекающей добавки оксида лантана на фазовый состав и кинетику процессов роста зёрен при получении керамик методом вакуумного спекания, изучить механизм спекания. Необходимой частью работы явилось изучение влияния состава порошков твёрдых растворов оксида лютеция с оксидами иттрия и скандия на спектр и кинетику затухания люминесценции ионов Yb^{3+} в этих порошках. Работа завершилась успешным синтезом оптических керамик на основе Lu_2O_3 , активированных ионами Yb^{3+} и исследованием их люминесцентных свойств. Автором получена лазерная генерация на образцах керамики $(\text{Lu}_{0.65}\text{Y}_{0.25}\text{La}_{0.05}\text{Yb}_{0.05})_2\text{O}_3$. Показана перспективность полученных материалов для использования в качестве активной среды твердотельных лазеров.

Актуальность работы обусловлена потребностью в иттербий-содержащей лазерной керамике на основе оксида лютеция, для производства которой в основном используется двухстадийный метод горячего прессования с последующей высокотемпературной газостатической обработкой. Применение одностадийного вакуумного спекания прекурсоров, полученных перспективным методом СВС, в присутствии изовалентной спекающей добавки La_2O_3 позволит снизить затраты на получение этой керамики.

Все проведенные в работе исследования являются новыми и необходимыми для выполнения поставленных задач. Для выбора оптимальных условий синтеза порошков Lu_2O_3 методом СВС был выполнен термодинамический расчет адиабатической температуры горения и равновесных продуктов сгорания в реакционных системах $\text{Lu}(\text{NO}_3)_3$ с глицином, лимонной кислотой и ацетатом лютеция. На основании проведенного исследования выбраны оптимальные соотношения компонентов в составах прекурсоров и разработана методика СВС.

Методом СВС синтезированы порошки Lu_2O_3 и твердых растворов $\text{Yb}_{0.1}(\text{Lu}_x\text{RE}_{1-x})_{1.9}\text{O}_3$, где $\text{RE} = \text{Sc}, \text{Y}$, $x = 0; 0.25; 0.5; 0.75; 1$. Синтезированы также порошки смешанных оксидов со спекающей добавкой оксида лантана $(\text{Lu}_{0.7}\text{Y}_{0.25}\text{La}_{0.05})_2\text{O}_3$ (**Lu70**), $(\text{Lu}_{0.45}\text{Y}_{0.5}\text{La}_{0.05})_2\text{O}_3$ (**Lu45**), $(\text{Lu}_{0.25}\text{Y}_{0.7}\text{La}_{0.05})_2\text{O}_3$ (**Lu25**) и Lu_2O_3 (**Lu100**), а также порошки $(\text{Lu}_{0.7-z}\text{Sc}_{0.3}\text{La}_z)_2\text{O}_3$, где $z = 0.01; 0.02; 0.05$. Изучены физико-химические закономерности процессов, протекающих при получении СВС-порошков и оптической керамики оксида лютеция с добавками оксидов редкоземельных элементов вакуумным спеканием. Установлено, что спекание твердых растворов $\text{Lu}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$, как и чистого оксида лютеция, протекает по твердофазному механизму, введение добавки оксида лантана приводит к значительному увеличению скорости усадки и позволяет получить оптическую керамику с беспористой плотной структурой. Разработана методика изготовления высокоплотной оптической керамики для активных сред твердотельных лазеров. На одном из образцов керамики получена генерация лазерного излучения с эффективностью 20% от энергии накачки.

Достоверность экспериментальных данных, полученных в работе, обеспечена корректным проведением теоретических и экспериментальных исследований, современным научным оборудованием, оценкой воспроизводимости результатов, а также их сопоставлением с литературными данными.

Практическая значимость работы заключается в том, что полученные в ходе исследования результаты являются необходимой научной базой для разработки технологии оптической керамики на основе оксида лютеция, что подтверждено созданием оптических керамик и получением лазерной генерации на одной из них.

Работа докладывалась и обсуждалась на 12 российских и международных научных конференциях, а ее содержание отражено в 4 статьях и 12 тезисах докладов.

В качестве замечаний можно отметить, что:

1. На рентгенограммах замечен сдвиг положения пиков кубической кристаллической фазы при замещении ионов Lu^{3+} ионами Y^{3+} и Sc^{3+} , а также при введении ионов La^{3+} в кристаллы составов $(\text{Lu}_y\text{Y}_{0.95-y})_2\text{O}_3$ и $(\text{Lu}_{0.7-z}\text{Sc}_{0.3z})_2\text{O}_3$. К сожалению, автор не приводит в автореферате величин параметров элементарной ячейки кристаллов Lu_2O_3 и их изменения при закономерном изменении состава кристаллов.

2. Из автореферата не ясно, был ли рассчитан размер кристаллов в полученных порошках из уширения пиков на дифрактограммах.

В тексте автореферата содержатся незначительные опечатки. Так, на рис. 13 не обозначения размерности на оси ординат, а на стр. 14 не дописано предложение «В третьей главе приведено описание методики вакуумного спекания керамических образцов на основе Lu_2O_3 , результаты исследования влияния спекающей добавки La_2O_3 на микроструктуру керамик на основе оксида лютеция, а также свойства полученных.»

Обнаруженные мелкие недочеты не снижают общей ценности диссертационной работы и не влияют на результаты диссертации, которая выполнена автором самостоятельно на высоком научном уровне.

Представленные в работе исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы. Автореферат является полноценным научно-исследовательским трудом, отражает все этапы исследования и отвечает требованиям пп. 9-14 (раздел II) «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013, а его автор – Новикова Анастасия Валерьевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.1 – неорганическая химия.

Ведущий научный сотрудник
АО «НПО ГОИ им. С.И. Вавилова»
кандидат химических наук

199106, Санкт-Петербург, 19 линия, д. 14, кв. 15,
т. сл. +7(812) 560-19-11, моб. +7 921 864-02-17,
e-mail: vodym@goi.ru; vodym1959@gmail.com

Дымшиц Ольга Сергеевна

20.01.2022

Подпись руки О.С. Дымшиц заверяю

Депонировано



2 А. Рамина