



УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор АО ЛЗОС

А.Н. Игнатов

«22» апреля 2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Акционерное общество «Лыткаринский завод оптического стекла» (АО ЛЗОС)
на диссертационную работу Наумова Андрея Сергеевича на тему:
«ФЕМОСЕКУНДНОЕ ЛАЗЕРНОЕ МИКРОМОДИФИЦИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ
СИТАЛЛОВ», представленную на соискание ученой степени кандидата технических
наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

Диссертационная работа Наумова А.С. посвящена исследованию процессов микромодифицирования прозрачных ситаллов с помощью пучка фемтосекундного лазера, что развивает методы локального формирования в их объеме различных протяженных трехмерных оптических структур микронного размера, свойства которых будут определяться формой, количеством и размером модифицированных областей и величиной локальной разницы показателя преломления относительно немодифицированной матрицы.

Структура и объем диссертации.

Работа изложена в традиционной форме и содержит введение, обзор литературы, методическую часть, результаты исследований и их анализ, заключение и список литературы, изложена на 145 страницах машинописного текста, включая 11 таблиц, 54 рисунка и 229 библиографических источника.

Актуальность работы

Фемтосекундное лазерное модифицирование твердотельных материалов является современным подходом к изменению структуры и свойств объектов в микро- и наномасштабе. В результате многофотонного механизма поглощения, сверхкороткие лазерные импульсы способны оказывать воздействие на внутренние слои материала, оставляя при этом не тронутым его поверхность. По этой причине разработка методов лазерного модифицирования рассматривается в качестве одного из весьма перспективных способов функционализации как хорошо известных, так и новых оптических сред. Диссертация Наумова А.С. является продолжением развития методов лазерной микромодификации сверхкороткими импульсами применительно к стеклокристаллическим материалам, в частности к прозрачным ситаллам. Особый интерес представляет разработка способов лазерной записи фотонных структур в объеме промышленно освоенных прозрачных термостабильных ситаллов. Исследования в этой области, несомненно, будут способствовать миниатюризации оптических приборов, устройств фотоники и

интегральной оптики, характеризующихся повышенной стабильностью геометрических размеров в зависимости от условий их эксплуатации.

Предлагаемые в литературе подходы к лазерной функционализации прозрачных ситаллов, основанные на локальном изменении показателя преломления материала, не содержат подробных сведений о фазовых процессах и структурных изменениях, происходящих под действием фемтосекундных импульсов, не позволяют прогнозировать знак измененного показателя преломления, что необходимо учитывать при выборе архитектуры модификаций для записи оптических элементов в их объеме. В связи с этим актуальность работы Наумова А.С., целью которой являлась разработка режимов лазерной микрообработки прозрачных алюмосиликатных ситаллов, характеризующихся стабильностью температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) в широком температурном диапазоне и повышенными значениями микротвердости, не подлежит сомнению.

Диссертантом успешно выполнены поставленные в работе цель и задачи, связанные с синтезом стекол на основе систем $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (ЛАС) и $\text{ZnO}-\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (ЦМАС), получением образцов ситаллов повышенной однородности, в том числе благодаря уточнению температурно-временных параметров зарождения и роста кристаллической фазы, изучением влияния параметров фемтосекундного лазерного излучения (энергия, частота следования импульсов, условия фокусировки и скорость сканирования) на характер структурных изменений, происходящих в объеме прозрачного ситалла. В результате проведенных исследований автором были предложены способы записи волноводных структур в объеме стеклокристаллических ЛАС матриц с близким к нулю ТКЛР и ЦМАС ситалла с повышенными значениями микротвердости.

Научная новизна исследований и их результатов заключается в следующем:

Установленная зависимость изменения структуры и теплофизических характеристик многокомпонентного стекла на основе ЛАС системы от режима ситаллизации, позволила варьировать значение ТКЛР прозрачного ситалла вблизи нуля в широком интервале температур: от -100 до 500 °С.

Систематические исследования влияния параметров лазерной микрообработки образцов ЛАС и ЦМАС ситаллов позволили выделить наиболее эффективные сочетания энергии и частоты импульсов длительностью 180 фс, скорости сканирования, условий фокусировки, позволяющие управлять характеристиками модифицированных областей. Сопутствующие при этом процессы аморфизации наноразмерных кристаллов в фокальной области лазерного воздействия впервые подтверждены методами электронной микроскопии высокого разрешения.

Экспериментально подтверждено, что в зависимости от состава исследуемой стеклокристаллической матрицы и режима лазерного воздействия, плавление кристаллической фазы под действием фемтосекундного пучка приводит к изменению показателя преломления переменного знака. При выборе методологии записи оптических структур в ситаллах сложных составов необходимо учитывать все многообразие физико-

химических процессов, которые происходят под воздействием лазерного пучка и могут конкурировать между собой.

Теоретическая и практическая значимость работы. Результаты диссертационной работы вносят вклад в оптимизацию технологии получения термостабильных ситаллов на основе ЛАС системы. В частности, для рассмотренного многокомпонентного состава, была проведена оценка динамики кристаллизационных процессов комплексом методов физико-химического и термического анализа, что позволило контролируемо влиять на размер кристаллов и степень закристаллизованности образцов и, в первую очередь, на значение ТКЛР в широком температурном диапазоне.

Полученные данные о ходе кристаллизации образцов ЛАС стекла с добавками оксида неодима в диапазоне концентраций, сопоставимым со значениями для промышленных составов лазерных неодимовых силикатных стекол, демонстрируют возможность получения лазерных сред с повышенной термостабильностью.

В зависимости от знака и величины локального изменения показателя преломления, продемонстрирована возможность лазерной записи светопроводящих структур, состоящих как из одной аморфизированной протяженной микрообласти (в случае ЦМАС матрицы, где аморфизация нанокристаллов ганита приводит к увеличению показателя преломления), так и набора параллельных микрообластей, вместе образующих аморфную оболочку с пониженным показателем преломления (в случае ЛАС матрицы).

Практическая значимость и новизна разработок диссертационной работы подтверждается патентами Российской Федерации: Патент № 2756886 С1 «Люминесцирующий стеклокристаллический материал»; Патент № 2781465 С1 «Способ лазерной записи интегральных волноводов».

Анализ содержания диссертации

Во **Введении** обоснована актуальность работы, степень разработанности тематики и объектов исследования, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, представлена научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, сформулированы положения, вносимые на защиту.

В **Первой главе** проведен тщательный анализ литературы по достижениям в области лазерной модификации структуры как поверхности, так и объемных слоев прозрачных оксидных стекол, кристаллов и ситаллов. Детальному обсуждению были подвергнуты данные о влиянии параметров лазерной обработки на процессы лазерной кристаллизации, аморфизации, характер и свойства получаемых микроструктур. На основании анализа большого количества работ и монографий, в качестве перспективных объектов исследования были выбраны алюмосиликатные ситаллообразующие системы. Автором рассмотрены особенности свойств выделяемых в них кристаллических фаз, уделено внимание их практическому применению, указаны основные направления исследований в области модификации их структуры фемтосекундными импульсами. Особое внимание уделено систематизации современных подходов к лазерному формированию различных типов волноводов в прозрачных материалах в зависимости от величины и знака

измененного показателя преломления в модифицированной области. В конце главы приводятся резюмирующие выводы. Следует отметить исчерпывающий уровень приведенных ссылок, что подтверждает глубокую проработку и освещение выбранной темы.

Во **Второй главе** описаны задействованные в работе методики синтеза образцов, их лазерной микрообработки, а также исследований полученных в работе стекол, ситаллов и записанных в их объеме модификаций. Для решения поставленных задач автором применялся достаточный и стандартный набор физико-химических методов исследования с применением современного высокотехнологичного оборудования.

Описанные в **Третьей главе** результаты исследований демонстрируют высокий научный уровень проделанной работы. Отдельно стоит отметить осуществление контроля синтеза стекол в лабораторных условиях от этапа подготовки шихты до варки, выработки расплава и термообработок образцов с целью получения прозрачных ситаллов. Это позволяло автору регулировать целевые характеристики объектов исследования (размер и количество кристаллической фазы, основные теплофизические и физикомеханические свойства) и выгодно отличает представленную работу от большинства зарубежных публикаций, где в основном использовались коммерчески доступные прозрачные ситаллы. Особое внимание в работе уделяется исследованию кристаллизационных свойств многокомпонентного состава на основе ЛАС системы. Классический подход с применением большого количества инструментальных методов, включая дифференциально сканирующую калориметрию образцов в зависимости от условий термообработок вблизи температуры стеклования, рентгенофазовый анализ, политермический метод, позволил уточнить температуры зарождения и роста кристаллической фазы β -кварцеподобных твердых растворов и осуществлять регулировку ТКЛР около нулевых значений в широком интервале температур. Эксперименты по лазерной микрообработке образцов ситаллов можно разделить на два основных раздела. Первый раздел посвящен исследованию фазовых и структурных превращений, индуцированных сфокусированными лазерными импульсами в объеме термостабильного ЛАС ситалла и ЦМАС ситалла с повышенными механическими характеристиками. Второй раздел содержит результаты разработки метода лазерной записи волноводных структур в объеме синтезированного ЛАС ситалла с повышенной термостабильностью.

В **заключении** изложены результаты работы в обобщенном виде.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации, результаты проведенных исследований, сформулированные выводы и публикации по рассматриваемой теме.

Работа выполнена на высоком научном уровне, с использованием широкого арсенала информативных методов исследования, результаты изложены в логической последовательности, сопровождаются иллюстративным материалом. Поставленные цели и задачи исследования достигнуты в полном объеме. Выполненная работа подтверждает высокую профессиональную подготовку автора.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, а также их **достоверность** подтверждена воспроизводимостью, применением современных методов физико-химического анализа, использованием стандартизованных методик, соответствием результатов международному уровню знаний в исследуемой области науки. Все научные положения и выводы, сформулированные автором, научно обоснованы, достоверность результатов не вызывает сомнений, результаты прошли апробацию в виде публикаций в рецензируемых журналах и докладов на международных и всероссийских научных конференциях.

По результатам исследования опубликовано 28 научных работ, включая 12 статей в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus. Кроме того, получено 2 патента РФ на изобретение и подготовлено 14 тезисов докладов.

Диссертационная работа Наумова А.С. на тему: «Фемтосекундное лазерное микромодифицирование структуры ситаллов» соответствует паспорту специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Рекомендации по использованию результатов, полученных в диссертационной работе. Проведенные автором исследования по фемтосекундному лазерному модифицированию образцов синтезированных прозрачных ситаллов позволили получить ряд новых нетривиальных результатов. Автором впервые демонстрируется локальная лазерная аморфизация нанокристаллов β -кварцеподобных твердых растворов и ганита в объеме стеклокристаллических матриц, инструментально подтверждаемая методами спектроскопии комбинационного рассеяния света и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. Определена зависимость величины локального изменения показателя преломления в лазерно-аморфизированных микрообластях от параметров режима фемтосекундной лазерной обработки и предложен метод записи аморфных оболочек световедущих каналов в объеме термостабильного ситалла. Полученные результаты диссертационной работы имеют большую ценность для химии и технологии стекла и ситаллов и закладывают основу для развития методов их функционализации путем микрообработки сфокусированным лазерным пучком.

Таким образом, с полученными Наумовым А.С. результатами, которые носят как фундаментальный, так и прикладной характер, следует ознакомиться и продолжать развивать в научных, образовательных и производственных организациях таких как: АО «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха», НЦВО им. Е.М. Дианова РАН, ИОФ РАН, АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», НИЦ «Курчатовский институт» ВИАМ, ФГБОУ ВО «БГТУ им. В.Г. Шухова», ФГБОУ ВО «ЮРГПУ (НПИ) им. М.И. Платова» и др.

Серьезные возражения по представленной работе отсутствуют. В то же время имеется **ряд вопросов и замечаний**:

1. С точки зрения технологии получения образцов ситалла для проведения оптических экспериментов целесообразным было проведение варки исходного стекла с применением традиционных методов оптического стекловарения (перемешивание и бурление расплава).

По каким причинам этого не было сделано и оценивалась ли оптическая однородность синтезированных образцов?

2. Какие сложности могут возникнуть при масштабировании разработанной лабораторной технологии синтеза термостабильного ЛАС ситалла?

3. В работе отсутствуют сведения о подборе температуры варки и длительности этапа осветления и гомогенизации расплава.

4. Насколько хорошо подходит ЛАС матрица для введения в нее ионов РЗЭ с целью создания люминесцентного материала? Сопоставима ли эффективность свечения ионов Nd^{3+} в исследуемой ЛАС матрице с известными промышленными материалами?

5. В чем заключалось принципиальное отличие атермического режима лазерного воздействия от теплового? Существует ли явная граница между указанными режимами?

Упомянутые замечания во многом носят рекомендательный характер, не снижают теоретической и практической значимости полученных результатов и не влияют на общую положительную характеристику работы. Диссертация Наумова Андрея Сергеевича является законченной научно-квалификационной работой, в которой разработаны новые научно обоснованные подходы к модификации структуры прозрачных ситаллов сфокусированным пучком фемтосекундного лазера.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертационная работа Наумова Андрея Сергеевича на тему: «Фемтосекундное лазерное микромодифицирование структуры ситаллов» **соответствует критериям, установленным пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней»** (утверждено постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842 в последней редакции), выдвигаемым к работам, представленным на соискание ученой степени кандидата технических наук.

В соответствии с п. 9 диссертационная работа на соискание ученой степени кандидата наук Наумова Андрея Сергеевича является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технические, технологические решения, имеющие существенное значение для развития страны, в частности в ней содержится решение научной задачи, имеющей значение в рамках развития технологии новых материалов на основе стекла и ситаллов с модифицированной лазерными импульсами структурой для оптико-механической отрасли Российской Федерации.

Таким образом, диссертационная работа, представленная к защите Наумовым Андреем Сергеевичем, имеет новизну и практическую значимость в части отдельных результатов исследования, а ее автор заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Диссертация и автореферат Наумова А.С. «Фемтосекундное лазерное микромодифицирование структуры ситаллов» обсуждены, а отзыв ведущей организации рассмотрен и утвержден на заседании научно-технического совета АО «Лыткаринский завод оптического стекла», протокол № 2 от «17» апреля 2024 г.

Отзыв подготовил:

Гулюкин Михаил Николаевич

Кандидат технических наук по специальности 2.6.14. Технология тугоплавких неметаллических материалов, ведущий инженер-технолог научно-производственного комплекса 74 акционерного общества «Лыткаринский завод оптического стекла»

Адрес: 140080, Московская область, г. Лыткарино, ул. Парковая, д. 1

Телефон: +7 (495) 552-95-74

email: npk-74@lzos.ru

«18» апреля 2024 г.

Гулюкин Михаил Николаевич

(подпись)

Подпись Гулюкина М.Н. заверяю:

Комова Е.А.

Начальник департамента развития персонала
АО «Лыткаринский завод оптического стекла»



Сведения об организации:

Полное наименование организации: Акционерное общество «Лыткаринский завод оптического стекла» (АО ЛЗОС)

Адрес: 140080, Московская область, г. Лыткарино, ул. Парковая, д. 1

Телефон: +7 (495) 552-15-20

Сайт: <https://www.lzos.ru>

email: info@lzos.ru