

ВІДГУК ОФІЦІЙНОГО ОПОНЕНТА

на дисертацію ШЕХОВЦОВА Олексія Миколайовича

«Технології отримання монокристалів боратів, ванадатів, вольфраматів та молібдатів для активних елементів лазерів з довжинами хвиль 1,06 і 1,5 мкм»,
подану на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю
05.27.06 – технологія, обладнання та виробництво електронної техніки

Актуальність теми дисертації. Не зважаючи на те, що лазерна генерація продемонстрована у сотнях кристалів та стеклах, а перетворення лазерного випромінювання (генерація кратних частот або Рамановий зсув частоти генерації) продемонстровані у десятках речовин, вимоги використання у техніці є більш комплексними і у багатьох випадках суперечливими. Це призводить до того, що практичне застосування знайшли лише одиниці активних середовищ, а пошуки нових і кращих не зупиняються. Причому пошуки ідуть у різних напрямах. З одного боку, є потреба у розширенні номенклатури довжин хвиль лазерної генерації. Тут, здебільшого, відомо, які активні іони і де генерують, але є низка проблем, пов'язаних з тим, що вони у матричному середовищі мають перебувати у певному оточенні, яке впливає на структуру рівнів активного іона та характеристики вимушених переходів. Тому, лазерні матриці є не менш важливою складовою пошуків, причому саме матриці здебільшого визначають низку інших характеристик лазера – ефективність генератора, граничні потужності, можливість перелаштування довжин хвиль, масо-габаритні характеристики і низку інших функціональних, технічних і споживчих характеристик. Тоді, коли низка матричних кристалів чи стекол уже була відома і вивчена, потреби розвитку лазерної техніки привели до появи нових схем генерації, геометричних конфігурацій та способів збудження, сенсибілізації активних йонів, способів перетворень частоти, модуляції випромінювання тощо. І ці багатовекторні пошуки не зупиняються і продовжуються, тому що застосування твердотільних лазерів і відповідних технологій в усіх сферах людської діяльності розширюється, а вимоги до середовищ, які забезпечують їхнє функціонування, ростуть.

З огляду на це, тема дисертації Шеховцова О.М. є актуальною як у широкому розумінні, так і в більш вузькому, оскільки вона направлена на цілком практичну потребу створення технологій виготовлення активних середовищ для лазерної

генерації та нелінійних перетворень лазерного випромінювання з довжинами хвиль 1.06 та 1.5 мкм, спектр потреб в яких є достатньо широким. Актуальність цього дослідження підтверджена також і тим, що його тема відповідає основним напрямкам досліджень Інституту монокристалів НАН України, де вона виконана, а також пріоритетам однієї з Державних цільових науково-технічних програм, кільком цільовим програмам Відділення фізико-технічних проблем матеріалознавства НАН України, та виконувалася у межах низки НДР відомчої тематики НАН України, проектів Державного фонду фундаментальних досліджень, білатерального міждержавного науково-технічного співробітництва, а також неформальним співробітництвом у наукових дослідженнях автора з низкою відомих наукових центрів у Франції, Німеччині, Італії, Польщі та інших країн, де такі дослідження також проводяться.

Загальна оцінка роботи:

У дисертації проглядається стратегічна ідея – використання подвійних оксидів для «тьюнінгу» властивостей лазерних та нелінійно-оптичних кристалічних середовищ. Автор не першим використав цю ідею, однак йому вдалося досягти значних успіхів у її реалізації завдяки тому, що, *по-перше* – напрямки дослідження ґрунтуються на всебічному вивченні існуючих відомостей і результатів досліджень по усьому світу, аналізу проблем, вибору перспективних шляхів їх вирішення; *по-друге* – використовувався комплексний підхід до технології вирощування кристалів та виготовлення елементів пристройів з них, починаючи від синтезу шихти, оптимізації складу, умов вирощування, зовнішньої атмосфери, післясинтезного оброблення, і закінчуючи зворотнім зв'язком від дослідження синтезованих матеріалів, *по-третє* – застосований величезний арсенал методів експериментальних досліджень кристалічної структури, структурної досконалості кристалів, хімічного складу, теплофізичних, спектральних оптичних та люмінесцентних характеристик, комбінаційного розсіяння, характеристик лазерної генерації, нелінійно-оптичних, електрофізичних, діелектричних та інших властивостей отриманих кристалів, аналізу та теоретичній інтерпретації отриманих результатів.

Дисертація складається зі вступу, п'яти розділів, загальних висновків, переліку посилань та додатків. Автореферат загалом точно відповідає основному змісту дисертації та представляє її основні результати та висновки. Мова та стиль викладу дисертації є професійними і зрозумілими.

Найбільш вагомими результатами дисертації, що володіють науковою новизною, на мою думку, є такі:

1. Показано, що чотириступінчастий синтез шихти для вирощування подвійних боратів забезпечує вирощування методом Чохральського монофазних кристалів високої структурної та оптичної досконалості, у тому числі з активаторами Nd та Yb-Er, а виготовлені лазерні середовища мають кращі характеристики генерації лазерного випромінювання, ніж були до цього.
2. Вперше у лазерних кристалах на основі подвійних боратів Ca-Y та Ca-Gd, активованих Yb-Er, отримана генерація на довжині хвилі 1.53 мкм, а також вперше синтезований само-активований кристал $\text{Ca}_3\text{Nd}_2(\text{BO}_3)_4$.
3. Розроблена технологія вирощування методом Чохральського кристалів подвійних ортованадатів кальцію-рідкісно-земельного металу (Y, La, Nd), кальцію-лужного металу (Li, Na, K) та кальцію-свинцю зі структурою вітлокіту високої структурної та оптичної досконалості, а також ванадатів-fosfatів кальцію-ітрію. При цьому кристали активовані Nd продемонстрували ефективність генерації при ламповому збудженні на рівні комерційно-доступних активних середовищ YAG:Nd.
4. Розширенна номенклатура нелінійно-оптичних нецентрросиметричних кристалів на основі подвійних ортованадатів $\text{Ca}_9\text{Nd}(\text{VO}_4)_7$, $\text{Ca}_{10}\text{M}(\text{VO}_4)_7$ ($\text{M} = \text{Li}, \text{Na}, \text{K}$) та $\text{Ca}_{10,5-x}\text{Pb}_x(\text{VO}_4)_7$ ($x = 1,8; 3,5; 4,9$), які можуть бути використані для Раманівського зсуву частоти та генерації другої гармоніки випромінювання лазера, у тому числі разом з генерацією всередині резонатора при відповідній активації кристалів.
5. Вирощені тверді розчини молібдатів-вольфраматів свинцю, які є перспективними середовищами для лазерів з Рамановим зсувом частоти. При цьому показано, що співвідношенням молібдату до вольфрамату можна керувати степенем дефектності у кисневій підгратці та підгратці свинцю.

Ці та інші нові результати та довідкові дані про структуру і фізико-хімічні властивості нових монокристалічних матеріалів для лазерів та нелінійно-оптичних пристройів перетворення лазерного випромінювання, що отримані при виконанні дослідження, безсумнівно мають і практичне значення для наступних розробок лазерних систем та уже стали основою для складання технологічних регламентів синтезу лазерних середовищ, виготовлення лазерних елементів, отримання

патентів на винаходи, використані у дослідженнях інших наукових центрів, а також у технічних розробках, в яких автор брав участь, що підтверджено кількома актами, наведеними у додатках до дисертації. Okрім вказаних у дисертації наукових установ отримані у дисертації результати можуть бути використані у НВП «Електрон-Карат», Інституті фізичної оптики МОН України, Національному університеті «Львівська політехніка» та багатьох інших як в Україні, так і за її межами.

Отримані результати та висновки слід вважати обґрунтованими і достовірними, оскільки вони ґрунтуються на застосуванні комплексу незалежних методів досліджень та апробованих методик, використанні сучасного експериментального обладнання, внутрішній несуперечливості результатів і висновків та узгодженості їх із загальними уявленнями, що визнані у цій галузі науки і техніки.

Дисертація є завершеним дослідженням, її результати та висновки у своїй сукупності є значним досягненням для технології та виробництва лазерних та нелінійно-оптичних матеріалів і пристрій квантової та оптоелектроніки на їхній основі. Її основні результати достатньо повно опубліковані у 28 статтях у фахових періодичних виданнях, з яких абсолютна більшість індексуються наукометричними базами даних *Web of Science Core Collection* та *Scopus*, чотирьох патентах на винаходи, двох розділах у колективних монографіях, семи статтях у збірниках матеріалів конференцій, представлялися та апробовані на кількох десятках конференцій в Україні та закордоном.

Зауваження до дисертацій:

1. У другому розділі не достатньо чітко показано різницю у процесах десорбції води і перетворенні борної кислоти в оксид бору, які відбуваються на двох різних стадіях попереднього температурного оброблення шихтової суміші за температур 110-140°C та 210-230°C.
2. Обговорюючи можливості методу рентгенівської топографії для дослідження структурної досконалості кристалів автор на ст. 49 наводить дані про щільність дислокацій, яка може бути зареєстрована – 10^{-2} - 10^{-4} см⁻². Тут, ймовірно вкрайлися аж дві помилки: По-перше, одиницями вимірювання мали б бути см⁻², а, по-друге, значення щільності викликають сумніви: Якщо аналізувати більше значення, то воно складає одну дислокацію на 100 см². Щоб це зареєструвати, потрібні зразки з відповідною площею і пучок відповідного січення.

3. На ст. 54 обговорюється відхилення складу кристалів від стехіометричного, зокрема відхилення співвідношення Ca/RE, для якого у тексті наведені значення від 6 до 10%. При цьому автор посилається на Табл. 2.3, в якій вказані масові концентрації елементів. Однак, з тексту не зрозуміло, в яку сторону відхиляється це співвідношення і чи завжди відхилення відбувається в одну сторону. Вказано зокрема, що найбільше відхилення Ca/RE спостерігається у випадку, коли RE = Y, однак дані Таблиці 2.3 не підтверджують цього, а показують, що відхилення відношення Ca/Y в сторону зменшення Ca від теоретичного є найменшим, тоді як в інших кристалах є більшим, але в сторону збільшення Ca. Можливо, автор пояснюючи результати у тексті мав на увазі відхилення атомних відношень, а не масових, як вказано у таблиці. Тоді, слід було це вказати, щоби читач не заплутався.
4. Порівняння спектрів викликаного рентгенівським опроміненням оптичного поглинання за визначенням через товщину зразка коефіцієнтом індукованого поглинання видається не зовсім коректним, оскільки глибина поглинання рентгенівських променів (енергія, на жаль, не вказана) є невеликою, локальна поглинена доза є нерівномірною за глибиною, і на глибині ~ 1 мм, що є характерною товщиною зразків для оптичних досліджень (у дисертації вона теж не вказана), жодного індукованого поглинання не буде.
5. Не зрозуміло, звідки у таблиці 4.8 на ст. 211 уточнення хімічного складу за даними рентгенівської та нейтронної дифракції береться Ніобій у складі кристалів твердих розчинів вольфрамату-молібдату свинцю.
6. У дисертації трапляються некоректні або невдалі висловлювання:
 - «Такі кристали складаються з двох катіонів» на ст. 38;
 - «заміна рідкісноземельного катіону **не впливає** на температурну залежність тепlopровідності кристалів і **незначно змінює** її абсолютну величину» на ст. 65;
 - «Вміст кристалу в розчині, мас.%» у підписі на осі абсцис на рис. 2.27 та 3.13. Очевидно йдеться про масовий вміст кристалічної фракції у гліцериновій суспензії;
 - Термін «спектр перерізу стимульованого випромінювання», який вживається у підписі до рис. 3.12 на ст. 131 та у тексті на ст. 132, є, на нашу думку, невірним оскільки показує спектр не випромінювання, а ділянку спектру, де відбувається збудження випромінювання, тому вірним терміном мав би бути

«спектр перерізу збудження випромінювання». Окрім того, його можна легко спутати з іншим терміном «спектр перерізу стимульованої емісії», який вживається, наприклад, у підписі до рис. 3.23 (ст. 147) і, очевидно, має інший зміст.

7. Мають місце й недоліки подання результатів, оформлення тексту і рисунків:

- Концентрацію активатора зручніше для читача було б подавати у атомних відсотках, а не у масових;
- Останній абзац на ст. 90, повторюється практично повністю на ст. 91;
- Нерідко рисунки передують їх згадці у тексті, наприклад, підрозділ 3.8.2.1 на ст. 149 починається одразу з рисунку, а лише потім слідує текст;
- Є зайві повтори, наприклад аналіз взаємозв'язку між теплопровідністю та теплоємністю на основі моделі Дебая повторюється у главі 3 для кристалів ванадатів після того, як такий аналіз був проведений у главі 2 для кристалів боратів. На нашу думку можна було б просто послатися на аналогічні міркування на основі одної для обох випадків моделі;
- На рис. 3.18 позначені дві криві, однак не позначено до яких осей вони відносяться, і хоча з підпису та позначень у цьому можна розібратися, однак такого роду хиби оформлення утруднюють сприйняття змісту;
- На рис. 2.31 *a* і *b* наведені по три генераційні залежності, однак у підписі не вказано, чим ці три залежності відрізняються. І, хоча можна здогадатися, що йдеться про використання різних вихідних дзеркал, але з позначень на самих рисунках це не зрозуміло.

8. Зустрічаються дрібні помилки, описки тощо:

- «Інститут ядерної фізики» замість «Інститут ядерних досліджень» НАН України (ст. 20);
- 28 статей [2-30] замість [3-30] (ст. 21);
- ‘стокових’ замість ‘стоксових’ (ст. 22 і 24);
- В останній декаду 21 століття було опубліковано ряд робіт... (ст. 28);
- мкВк/кг замість мкБк/кг (ст. 35);
- «хімічного» складу (ст. 56) та інші., причому деякі з них опинилися і в авторефераті.

Висновок:

Зроблені зауваження не впливають на оцінку основних наукових положень дисертації Шеховцова О.М., отриманих результатів та висновків та їхнього значення і не є принциповими для оцінювання дисертації загалом.

Вважаю, що за сукупністю ознак актуальності теми дослідження, суттєвості отриманих результатів та висновків, їхньою новизною, значенню для науки і техніки, представленню у наукових публікаціях дисертація Шеховцова О.М. «Технології отримання монокристалів боратів, ванадатів, вольфраматів та молібдатів для активних елементів лазерів з довжинами хвиль 1,06 і 1,5 мкм» задовільняє усім вимогам МОН України, які ставляться до робіт на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук, зокрема, пп. 9, 10, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету міністрів України № 567 від 24.07.2013 р. зі змінами, внесеними згідно з Постановами КМУ № 656 від 19.08.2015, № 1159 від 30.12.2015 та № 567 від 27.07.2016 р., а її автор Шеховцов Олексій Миколайович заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.27.06 – технологія, обладнання і виробництво електронної техніки.

Офіційний опонент

д.ф.м.н. проф., професор кафедри
напівпровідникової електроніки
Національного університету
«Львівська політехніка»



Убізький Сергій Борисович

Підпис професора Убізького С.Б. засвідчує

Вчений секретар

Національного університету
“Львівська політехніка”

к.т.н. доцент



Брилинський Р.Б.