

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Ермаковой Юлии Александровны на тему
«Синтез и свойства эффективных ап-конверсионных люминофоров на основе фторида стронция, легированного иттербием, эрбием и тулием»,
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.2.3 – «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники» и состоявшейся в НИТУ «МИСИС» 27.02.2024 г.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСИС» 11.12.2023 г., протокол № 16.

Диссертация выполнена в Научном центре лазерных материалов и технологий имени В.В. Осико Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук» (ИОФ РАН).

1. Научный руководитель – кандидат химических наук, Кузнецов Сергей Викторович, ведущий научный сотрудник лаборатории технологии наноматериалов для фотоники отдела нанотехнологий Научного центра лазерных материалов и технологий имени В.В. Осико Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук» (ИОФ РАН).

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ МИСИС (протокол № 16 от 11.12.2023 г.) в составе:

1. Костишин Владимир Григорьевич – д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой технологии материалов электроники НИТУ МИСИС – председатель комиссии;
2. Ховайло Владимир Васильевич – д.ф.-м.н., профессор кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ МИСИС;
3. Пархоменко Юрий Николаевич, д.ф.-м.н., профессор кафедры материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ МИСИС;
4. Каргин Юрий Федорович, д.х.н., профессор, г.н.с., заведующий лабораторией физико-химического анализа керамических материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН);
5. Каневский Владимир Михайлович, д.ф.-м.н., руководитель отделения Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ "Курчатовский институт" (на момент утверждения протокола № 16 от 11.12.2023 г. – руководитель Института кристаллографии имени А.В. Шубникова – структурного подразделения федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук).

В качестве ведущей организации утверждено Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА).

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

– Разработаны методики синтеза однофазных твёрдых растворов на основе $\text{SrF}_2\text{:Yb:R}$ ($\text{R} = \text{Er, Tm, Er:Tm}$) методом соосаждения из водных растворов при использовании NH_4F , NaF и KF в качестве фторирующих агентов. Показано, что использование HF в качестве фторирующего агента приводит к образованию двухфазных образцов.

– Открыт новый твердый раствор $\text{Sr}_{1-x-z}\text{R}_x(\text{NH}_4)_z\text{F}_{2+x-z}$ при легировании фторида стронция ионами редкоземельных элементов при использовании избытка фторида аммония 114%, который имеет существенное значение для технологии получения нанофторидов, т.к. позволяет предотвратить процесс пирогидролиза наночастиц в процессе термообработки за счет выделяющегося при изоструктурном распаде HF .

– Определены составы люминофоров, демонстрирующие высокие величины интенсивности ап-конверсионной люминесценции, не уступающие мировым аналогам:

- Наибольшие величины энергетического выхода ап-конверсионной люминесценции при плотности мощности возбуждения 1 Вт/см^2 зафиксированы для составов $\text{SrF}_2\text{:5\%Yb}^{3+}\text{:1.5\%Er}^{3+}$ (6.73 %) и $\text{SrF}_2\text{:5\%Yb}^{3+}\text{:0.1\%Tm}^{3+}$ (1.59 %).

- Наибольшая величина квантового выхода ап-конверсионной люминесценции при плотности мощности возбуждения 10 Вт/см^2 определена для состава $\text{SrF}_2\text{:2\%Yb}^{3+}\text{:2\%Er}^{3+}$ (2.8 %).

– Разработан и верифицирован алгоритм вариации координат цветности на основе механических смесей ап-конверсионных люминофоров $\text{SrF}_2\text{:Yb:Er}$ и $\text{SrF}_2\text{:Yb:Tm}$. Показано, что интенсивность люминесценции белого света на основе механических смесей существенно выше (3.5 %), чем интенсивность индивидуального твёрдого раствора $\text{Sr}_{0.785}\text{Yb}_{0.200}\text{Er}_{0.010}\text{Tm}_{0.005}\text{F}_{2.215}$ (0.10 %).

– Методом горячего прессования ($T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, $P = 250 \text{ МПа}$, вакуум 10^{-2} Торр) была изготовлена оптическая керамика ($\text{Sr}_{0.82}\text{Yb}_{0.15}\text{Er}_{0.03}\text{F}_{2.18}$) с коэффициентом пропускания более 80 % в спектральном диапазоне 0.42–7.00 мкм.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

– Установлена взаимосвязь «состав – люминесцентные характеристики» синтезированных порошков твердых растворов на основе фторида стронция и определены составы, демонстрирующие наибольшие величины энергетического выхода ап-конверсионной люминесценции.

– Открыт новый самофторирующийся прекурсор $\text{Sr}_{1-x-z}\text{R}_x(\text{NH}_4)_z\text{F}_{2+x-z}$ для получения оптической керамики, который реализуется при использовании фторида аммония в качестве фтор-агента.

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

– Разработана методика синтеза высокоэффективных порошков ап-конверсионных люминофоров $\text{Sr}_{0.935}\text{Yb}_{0.050}\text{Er}_{0.015}\text{F}_{2.065}$ (энергетический выход 6.73 %) и $\text{Sr}_{0.949}\text{Yb}_{0.050}\text{Tm}_{0.001}\text{F}_{2.051}$ (энергетический выход 1.59 %) при плотности мощности накачки 1 Вт/см^2 .

– Разработан и верифицирован алгоритм расчета составов механических смесей ап-конверсионных люминофоров для достижения заданных координат цветности.

– Методом горячего прессования ($T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P = 250\text{ МПа}$, вакуум 10^{-2} Торр) была изготовлена оптическая керамика ($\text{Sr}_{0.82}\text{Yb}_{0.15}\text{Er}_{0.03}\text{F}_{2.18}$) с коэффициентом пропускания более 80 % в спектральном диапазоне 0.42–7.00 мкм.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

– достоверность научных результатов подтверждается применением современных методов исследования и оборудования, которое верифицируется в соответствии с международными стандартами обеспечения единства измерений и единообразием средств измерений, хорошим согласием между экспериментальными и теоретическими данными, представленными в литературных источниках.

Личный вклад автора в настоящую работу состоит в постановке задач исследований, проведении экспериментов по синтезу порошков, проведении химического анализа по методу Кьельдаля и определении содержания HF, обработке данных физико-химического анализа образцов: РФА, СЭМ, РСМА, ДТГА и спектрально-люминесцентной характеристики, обсуждении результатов и формулировании основных выводов.

Материалы диссертации Ермаковой Юлии Александровны опубликованы в 5 печатных работах, в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ и базы Web of Science/Scopus.

Пункт 2.6 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС соискателем ученой степени кандидата наук не нарушен.

Диссертация Ермаковой Юлии Александровны соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСИС», так как в ней на основании выполненных автором исследований содержится решение задач по:

- Разработке методик синтеза порошков твердых растворов на основе фторида стронция, легированного РЗЭ с использованием различных фторирующих агентов;
- Определению составов с высокими величинами энергетического выхода ап-конверсионной люминесценции при легировании фторида стронция ионами $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$ и $\text{Yb}^{3+}/\text{Tm}^{3+}$;
- Определению составов, соответствующих белой люминесценции, при легировании фторида стронция ионами Yb^{3+} , Er^{3+} и Tm^{3+} ;
- Разработке алгоритма по вариации координат цветности.

Полученные в работе результаты имеют важное научное значение и являются перспективными в решении практических задач.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Ермаковой Юлии Александровны ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.3 – «Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники».

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 5 (пяти) человек, участвовавших в заседании, из 5 (пяти) человек, входящих в состав комиссии, проголосовала: за 5 (пять), против - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Председатель Экспертной комиссии

 В.Г. Костишин

27.02.2024 г.