

«ЗАТВЕРДЖУЮ»

Заступник директора з наукової роботи Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України

Олександр СОРОКІН
«10» листопада 2023 р.



ВИТЯГ

з протоколу №2 спільногого засідання відділу технології вирощування монокристалів та Проблемної ради ІСМА «Сцинтиляційне матеріалознавство»
від «06» жовтня 2023 року

ПРИСУТНІ: головуючий на засіданні – заступник завідувача відділу технології вирощування монокристалів, кандидат технічних наук, старший дослідник Герасимов Ярослав Віталійович; доктор технічних наук, професор Сідлецький Олег Цезаревич; доктор технічних наук, старший дослідник, доктор технічних наук, Беспалова Ірина Ігорівна; доктор хімічних наук, професор Чергинець Віктор Леонідович; доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник Сорокін Олександр Васильович; доктор фізико-математичних наук Тарасов Володимир Олексійович; кандидат технічних наук Курцев Даніїл Олександрович; кандидат технічних наук Ткаченко Сергій Анатолійович; кандидат фізико-математичних наук Максимчук Павло Олегович; кандидат фізико-математичних наук Вягін Олег Геннадійович; кандидат фізико-математичних наук Губенко Катерина Олександрівна; кандидат технічних наук Тупіцина Ірина Аркадіївна; Хромюк Іларіон Федорович.

Серед присутніх 2 доктори технічних наук, 1 доктор хімічних наук, 2 доктори фізико-математичних, 4 кандидати технічних наук і 3 кандидати фізико-математичних наук – фахівці зі спеціальності, з якої виконувалась дисертація.

СЛУХАЛИ:

1. Результати дисертаційної роботи аспіранта КОФАНОВА Дениса Олеговича на тему: «Отримання сцинтиляційних кристалів рідкісноземельних гранатів із розплаву у відновлювальному та інертному

здобуття ступеня доктора філософії з галузі знань 13 Механічна інженерія за спеціальністю 132 Матеріалознавство.

Науковий керівник – завідувач відділу технологій вирощування монокристалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, доктор технічних наук, професор СІДЛЕЦЬКИЙ Олег Цезаревич.

Тема дисертації затверджена на засіданні Вченої ради Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України (протокол №15 від 16.12.2019 р.). Уточнену редакцію теми дисертаційного дослідження затверджено на засіданні Вченої ради Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України (протокол № 8 від 26.09.2023 року).

2. Виступ здобувача.

3. Запитання до аспіранта по темі дисертації ставили: кандидат технічних наук Герасимов Ярослав Віталійович, доктор хімічних наук, професор Чергинець Віктор Леонідович, кандидат технічних наук Курцев Даніл Олександрович, кандидат фізико-математичних наук Максимчук Павло Олегович, кандидат фізико-математичних наук Вягін Олег Геннадійович, кандидатка фізико-математичних наук Губенко Катерина Олексandrівна та кандидатка технічних наук Тупіцина Ірина Аркадіївна.

4. Виступ наукового керівника.

5. В обговоренні дисертаційної роботи взяли участь: кандидат технічних наук Герасимов Ярослав Віталійович, доктор хімічних наук, професор Чергинець Віктор Леонідович, кандидат фізико-математичних наук Максимчук Павло Олегович та кандидатка технічних наук Тупіцина Ірина Аркадіївна, доктор фізико-математичних наук Сорокін Олександр Васильович.

УХВАЛИЛИ:

ВИСНОВОК

про наукову новизну, теоретичне та практичне значення результатів дисертації КОФАНОВА Дениса Олеговича на тему: «Отримання сцинтиляційних кристалів рідкісноземельних гранатів із розплаву у відновлювальному та інертному середовищах», поданої на здобуття ступеня доктора філософії з галузі знань 13 Механічна інженерія за спеціальністю 132 Матеріалознавство

Обґрунтування вибору теми дослідження.

Розробка нових сцинтиляційних кристалів з покращеними властивостями відіграє ключову роль у створенні нових типів детекторів для фізики високих енергій на прискорювачах частинок, таких як Великий адронний колайдер. Зокрема, час розгорання та загасання люмінесценції, а також світловий вихід сцинтиляційного матеріалу є основними факторами, які лімітують часові характеристики детекторів, створених на їх основі. Покращення цих властивостей, а також можливість варіювання густини та/чи довжини хвилі максимуму люмінесценції сцинтиляторів, мають прямий вплив на розвиток як детекторобудування, так і експериментальної фізики високих енергій загалом.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами, грантами.

Роботу було проведено в рамках наступних наукових проектів:

- Тема відомчого замовлення НАН України 0119U100791 «Оптимізація сцинтиляційних властивостей кристалів шляхом спрямованого утворення структурних дефектів» (Шифр «КАРБОН»), 2019-2021 рр.
- Програма міжнародного наукового співробітництва програми Європейського союзу Горизонт-2020 «Marie Skłodowska-Curie Research and Innovation Staff Exchange (RISE)» (H2020-MSCA-RISE-2014), проект № 644269 «International and Intersectoral mobility to develop advanced scintillating and Cerenkov fibres for new hadron and jet calorimeters for future colliders» («Міжнародна та міжсекторіальна мобільність для розробки покращених сцинтиляційних та Черенковських волокон для нових адронних та калориметрів для майбутніх колайдерів») (Акронім «Intelum») (2015-2019).
- Проект Національного центру наукових досліджень Франції (CNRS) «Міжнародна наукова лабораторія з сучасних сцинтиляційних матеріалів: нові цілі, ініціативи, програми, перспективи» (2019-2023), проект «Гетероструктуровані матеріали для ультрашвидкого детектування іонізуючих частинок» в рамках програми україно-французького співробітництва «Дніпро», номер держреєстрації 0122U200403, 2021-2022 рр.

Дослідження Кофанова Д.О. стали фрагментом даних науково-дослідних робіт.

Мета і завдання дослідження.

Метою дисертаційної роботи є отримання об'ємних та профільованих кристалів рідкісноземельних гранатів із розплаву у відновному та інертному середовищах для наступного покоління детекторів фізики високих енергій.

Основні задачі:

- Оптимізувати умови вирощування в інертному середовищі методом мікровитягування волокон YAG:Ce довжиною більше 20 см, їх склад та умови післяростового відпалу для забезпечення довжини поглинання світла у волоках не менше 20 см.
- Розробити метод вирощування кристалів твердих розчинів, що дозволить уникнути використання кристалічного зародку в умовах варіювання складу розплаву та, відповідно, температури його кристалізації.
- Встановити зв'язок між концентрацією активатора (Ce), співвідношенням Lu/Y та сцинтиляційними і оптичними властивостями об'ємних кристалів LuYAG:Ce, вирощених у W тиглях у відновному середовищі.

Об'єкт дослідження.

Процес одержання кристалічних волокон на основі YAG методом мікровитягування. Процес одержання змішаних монокристалів LuYAG:Ce з різним співвідношенням Lu/Y методом Чохральського.

Предмет дослідження.

Залежність оптичних та сцинтиляційних характеристик отриманих твердих розчинів на основі LuYAG:Ce від концентрації активатору та співвідношення компонентів.

Методи дослідження.

Отримання об'ємних та профільованих кристалів:

Кристалічні волокна YAG:Ce були отримані методом мікро-витягування з іридієвих тиглів у інертній атмосфері. Об'ємні кристали LuAG:Ce та LuAYG:Ce були отримані методом Чохральського з вольфрамових тиглів у відновній атмосфері.

Методи характеризації оптичних та сцинтиляційних властивостей:

Люмінесцентні та оптичні характеристики визначалися методом оптичної спектроскопії. Сцинтиляційний світловий вихід під впливом гамма-

опромінення, а також енергетичне розділення визначалися на основі аналізу амплітудних спектрів з використанням стандартних методик вимірювання.

Наукова новизна дослідження: базується на таких основних положеннях:

- Показана можливість отримання методом мікро витягування довгих (більше 20 мм) волокон YAG:Ce з довжиною поглинання 38 см завдяки додаванню надлишку 120 ppm Al_2O_3 над стехіометричним складом кристалу YAG.

- Доведено, що термічна обробка при 1200 °C протягом 48 годин покращує довжину поглинання для волокон YAG:Ce, содопованих Mg. Зокрема, відпалені волокна з 40 ppm Mg мали довжину поглинання 38,5 см та час загасання 80 нс.

- Розроблено пристрій, що дозволяє уникнути використання кристалічного зародку в умовах різного складу та температури плавлення розплавів кристалів твердих розчинів. Пристрій використовує капілярний ефект підйому розплаву і забезпечує надійне кріplення вирощуваного кристалу.

- Отримані кристали LuAG:Ce та LuYAG:Ce із довжиною циліндричної частини до 6 см та діаметром 18 мм з вольфрамових тиглів у відновлювальній атмосфері Ar+CO.

- Знайдено оптимальну концентрація активатору при отриманні кристалів LuAG:Ce, яка склала 1% Ce в розплаві. Отримані кристали LuAG:Ce після відпалу на повітрі при температурі 1300 °C протягом 48 годин мали світловий вихід 26500 фотонів/МeВ.

- Світловий вихід отриманих кристалів $(\text{Lu}_{0,25}\text{Y}_{0,75})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ оптимізованого складу відпалених на повітрі при температурі 1300 °C протягом 48 годин сягає 28 000 фотонів/МeВ.

Теоретичне значення. Дисертаційна робота містить нові наукові положення, які є науково обґрунтованими експериментальними результатами проведених досліджень. Фундаментальні результати опубліковані мають важливе значення для напрямку вирощування сцинтиляційних кристалів та підтверджуються публікаціями, у трьох різних рейтингових європейських наукових виданнях (1 стаття у журналі квартилю Q1 і 2 статті у журналах квартилю Q2) та двома патентами на корисну модель.

Практичне значення.

1. Вирощені волокна YAG:Ce довжиною > 40 см мають довжину поглинання до 38 см, з часом загасання 80 нс при соактивації їх Mg, що є близькими до характеристик необхідних для використання їх в новому детекторі типу “Spaghetti”.
2. Розроблений пристрій, що дозволяє уникнути використання кристалічного зародку в умовах різного складу та температури плавлення розплавів кристалів твердих розчинів. Пристрій використовує капілярний ефект підйому розплаву і забезпечує надійне кріplення вирощуваного кристалу.
3. Показана можливість отримання змішаних кристалів LuYAG:Ce з властивостями, такими як густина та максимум люмінесценції, що можуть варіюватися в залежності від співвідношення Y до Lu зі світловим виходом до 28000 фотонів/МеВ.

Особистий внесок здобувача.

Результати, що складають основний зміст дисертації, отримано особисто, а саме:

1. Вирошено серію волокон YAG:Ce методом мікро-витягування у інертній атмосфері з іридієвих тиглів, а також проведений аналіз їх сцинтиляційних та оптичних властивостей.
2. Розроблено пристрій, що дозволяє уникнути використання кристалічного зародку в умовах різного складу та температури плавлення розплавів кристалів твердих розчинів. Пристрій використовує капілярний ефект підйому розплаву і забезпечує надійне кріplення вирощуваного кристалу
3. Вирошено серію кристалів на основі LuAG з різною концентрацією Ce методом Чохральського у відновній атмосфері з вольфрамових тиглів. Проаналізовані оптичні та сцинтиляційні властивості і знайдена оптимальна концентрація активатору яка склала 1%.
4. Вирошено серію кристалів на основі LuYAG:Ce з різним співвідношенням Y до Lu. Проаналізовані оптичні та сцинтиляційні властивості вирощених кристалів.

Апробація результатів дослідження.

Основні результати роботи були обговорені та представлені в доповідях на міжнародних та вітчизняних наукових конференціях: міжнародна

конференція «Functional materials for technical and biomedical applications», 2019, Харків (Україна); міжнародна конференція «SCINT 2019», 2019, Сендай (Японія); міжнародна конференція “Functional materials for technical and biomedical applications”, 2021, Харків (Україна); міжнародна конференція «International Conference on Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation», 2021, Бидгощ (Польща); міжнародна конференція «Functional materials for technical and biomedical applications», 2023, Харків (Україна).

Публікації. За результатами дослідження З наукових праць: 3 статті у іноземних виданнях, проіндексованих в базі даних Scopus та Web of Science Core Collection з квартилями Q1 і Q2.

Список опублікованих праць за темою дисертації

Статті в іноземних виданнях:

(статті у періодичних наукових виданнях, проіндексованих у базах даних Web of Science Core Collection та/або Scopus (крім видань держави, визнаної Верховною Радою України державою-агресором))

1. D. Kofanov, I. Gerasymov, O. Sidletskiy, et al. LuAG:Ce and LuYAG:Ce scintillation crystals grown under reducing conditions from W crucibles. Optical Materials, 2022, 134(10), 113176. doi: 10.1016/j.optmat.2022.113176.
2. O. Sidletskiy, K. Lebbou, D. Kofanov. Micro-pulling-down growth of YAG- and LuAG-based garnet fibres: advances and bottlenecks. CrystEngComm, 2021, 23, 2633-2643. doi: 10.1039/D1CE00091H.
3. O. Sidletskiy, K. Lebbou, D. Kofanov, V. Kononets, Ia. Gerasymov, R. Bouaita, V. Jary, R. Kucerkova, M. Nikl, A. Polesel, K. Pauwels, E. Auffray. Progress in fabrication of long transparent YAG:Ce and YAG:Ce,Mg single crystalline fibers for HEP applications. CrystEngComm, 2019, 21, 1728 – 1733pp. doi: 10.1039/C8CE01781F.

Структура та обсяг дисертації.

Дисертація складається із вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел із 91 найменування. Обсяг дисертації – 127 сторінок і включає 54 рисунки і 3 таблиці та 3 додатки.

Характеристика особистості здобувача.

КОФАНОВ Денис Олегович перед вступом в аспірантуру отримав фахову університетську підготовку у Харківському національному університеті імені В.Н. Каразіна в бакалавраті по напрямку підготовки «Фізика та астрономія» (з вересня 2013 по травень 2017) та магістратурі по спеціальності «Фізика та астрономія» з відзнакою (з вересня 2017 по січень 2019). В період з 01 листопада 2019 по 31 жовтня 2023 року навчався в аспірантурі Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України за спеціальністю 132 Матеріалознавство галузі знань 13 Механічна інженерія. Паралельно з виконанням освітньої програми в аспірантурі, Кофанов Д.О. проводив фундаментальні дослідження згідно обраного напрямку аспірантської підготовки. У період навчання в аспірантурі, працював на посадах інженера та провідного інженера у відділі технології вирощування монокристалів ICMA та має загальний стаж роботи понад 7 років. У період навчання в аспірантурі ним було успішно продовжено освоєння методів вирощування об'ємних кристалів, а також профільованих кристалічних волокон. В ході реалізації програми міжнародного наукового співробітництва програми Європейського союзу «Intelum», він провів цикл важливих робіт щодо покращення оптичних та сцинтиляційних параметрів кристалічних волокон вирощених методом мікро витягування. В подальшому, для характеристизації сцинтиляційних кристалів для наступного покоління детекторів фізики високих енергій в рамках двох міжнародних програм, Денис Кофанов успішно пройшов навчання та освоїв метод вирощування об'ємних кристалів Чохральського. В період терміну аспірантської підготовки Кофанов Д.О. показав себе як професійний дослідник, продемонстрував здатність успішно застосовувати високий рівень фахової університетської підготовки та вивчення спеціальних розділів та дисциплін для глибокого осмислення та успішного проведення як фундаментальних, так і експериментальних напрямків наукової діяльності.

Оцінка мови та стилю дисертації. Дисертація виконана фаховою українською мовою, текстове подання матеріалу відповідає стилю науково-дослідної літератури.

У результаті попередньої експертизи дисертації **КОФАНОВА Дениса Олеговича** і повноти публікації основних результатів дослідження

УХВАЛЕНО:

1. Затвердити висновок про наукову новизну, теоретичне та практичне значення результатів дисертації **КОФАНОВА Дениса Олеговича** на тему: «Отримання сцинтиляційних кристалів рідкісноземельних гранатів із розплаву у відновлювальному та інертному середовищах».

2. Констатувати, що за актуальністю, степенем наукової новизни, обґрунтованістю, науковою та практичною цінністю здобутих результатів дисертація Кофанова Д.О. відповідає спеціальності 132 Матеріалознавство та вимогам Порядку підготовки здобувачів вищої освіти ступеня доктора філософії та доктора наук у закладах вищої освіти (наукових установах), затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 23 березня 2016 р. № 261, пп. 6, 7, 8 Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії, затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44.

3. Рекомендувати дисертацію Кофанова Д.О. на тему: «Отримання сцинтиляційних кристалів рідкісноземельних гранатів із розплаву у відновлювальному та інертному середовищах» до захисту на здобуття ступеня доктора філософії у разовій спеціалізованій вченій раді за спеціальністю 132 Матеріалознавство.

4. Рекомендувати вченій раді Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України затвердити такий склад разової спеціалізованої вченої ради:

Голова ради:

Тарасов Володимир Олексійович, завідувач відділу сцинтиляційної радіометрії Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, доктор фізико-математичних наук.

Рецензенти:

Тупіцина Ірина Аркадіївна, завідувачка лабораторії тугоплавких сцинтиляційних матеріалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, кандидатка технічних наук, старший дослідник.

Тупіцина Ірина Аркадіївна, завідувачка лабораторії тугоплавких сцинтиляційних матеріалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, кандидатка технічних наук, старший дослідник.

Чергинець Віктор Леонідович, завідувач лабораторії синтезу сцинтиляційних матеріалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, доктор хімічних наук, професор.

Офіційні опоненти:

Пріхна Тетяна Олексіївна, завідувачка відділу технологій високих тисків, функціональних керамічних композитів і дисперсних надтвердих матеріалів Інституту надтвердих матеріалів ім. В. Н. Бакуля НАН України, академік НАН України, докторка технічних наук, професорка.

Крижановська Олександра Сергіївна, старша наукова співробітниця відділу кристалічних матеріалів складних сполук Інституту монокристалів НАН України, кандидатка технічних наук.

Результати голосування щодо рекомендації до захисту дисертації Кофанова Д.О.:

«За» – 13

«Проти» – немає

«Утримались» – немає

Презентація Кофанова Д.О. на 21 стор. додається.

Головуючий на засіданні
заступник завідувача відділу технології
вищування монокристалів,
кандидат технічних наук,

Ярослав ГЕРАСИМОВ

Секретар засідання
Старший науковий співробітник відділу
технології вирощування монокристалів,
кандидат технічних наук

Даніїл КУРЦЕВ