

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке

Пермского национального
исследовательского

политехнического университета,

кандидат наук, доцент

Швейкин А.И.

15 мая 2023 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего образования

«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»
Министерства науки и высшего образования Российской Федерации

Диссертация «Прочность, трещиностойкость и оптические потери кварцевых волокон с защитными покрытиями» выполнена на кафедре «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов».

В период подготовки диссертации соискатель Булатов Максим Игоревич работал в ПАО «Пермская научно-производственная приборостроительная компания» в должности *начальника лаборатории фотоники научно-образовательного центра*.

В 2019 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Пермский государственный национальный исследовательский университет» по направлению 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника.

В 2023 году окончил аспирантуру очной формы обучения федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» по направлению 22.06.01 «Технологии материалов» (период обучения «01» октября 2019 г. по «30» июня 2023).

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Симонов Юрий Николаевич, работает заведующим кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» Пермского национального исследовательского политехнического университета Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

1. Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации, заключается в следующем:

- соискателем выполнена постановка проблемы исследования, сформулированы цели и задачи диссертации;
- провел теоретическое исследование поставленных вопросов и провел численные и натурные эксперименты;
- предложил новую технологию термической обработки волокон с полиимидными покрытиями, которая позволяет увеличить прочность и работоспособность за счет удаления остаточного растворителя;
- применил модель разрушения, позволяющую вычислить параметр интенсивности напряжений кварцевых волокон с покрытиями.

2. Научная новизна диссертационного исследования заключается в

- впервые определена трещиностойкость кварцевых волокон с органическими и металлическими покрытиями методом Нииахары, применена модель разрушения, позволяющая вычислить параметр интенсивности напряжений кварцевых волокон с покрытиями. Достоверность методики подтверждена экспериментальными результатами испытаний волокон без покрытия.

- предложена гипотеза, что рост прочности и трещиностойкости оптических волокон с полиимидными покрытиями обусловлен обратным эффектом Ребиндера (заполнение микротрещин материалом покрытия) и волокон с медными сжимающими напряжениями, возникающими при охлаждении волокон с металлическими покрытиями и осуществлена экспериментальная проверка.

- впервые, установлено, что методом ДСК при скорости нагрева 10 °С/мин у волокон с сердцевиной из чистого кварца и оболочкой легированной фтором, формируется кристаллическая структура в интервале температур 630-800 °С, что приводит к существенному ухудшению оптических и механических свойств.

3. Степень достоверности результатов проведенных исследований

Достоверность результатов, подтверждается большим статистическим объемом наблюдений, соответствует современным методикам обработки экспериментальных данных, согласованностью представленных результатов с данными других исследователей. Формулирование гипотез и их верификация осуществлялись на основе известных положений общей физики, фотоники, материаловедения, оптоэлектроники, математического анализа и других разделов высшей математики. В работе активно применялся современный научный графопостроитель Origin и программы для исследования на микроскопах (Atlas и Axalit).

4. Практическая и теоретическая значимость диссертационного исследования

1. показано, что нанесение металлических покрытий позволяет увеличить трещиностойкость K_{Ic} в 3-4 раза, по сравнению с волокнами без покрытий;

2. разработана новая технология термической обработки кварцевых оптических волокон с полиимидными и углерод/полиимидными покрытиями (ноу-хау 2788к от 18.12.2020 г., ноу-хау 2978к от 27.12.2021 г., проект 218,

№2019-218-11-1446), которая позволяет увеличить их свойства и работоспособность.

3. экспериментально доказано и впервые подтверждено теоретическими расчетами, что сжимающие напряжения, возникающие при охлаждении кварцевых волокон с металлическими покрытиями в процессе вытяжки, являются причиной роста прочности и трещиностойкости, что хорошо коррелирует с литературными данными;

4. волокна с полиимидным покрытием могут эксплуатироваться при температурах до 300 °С, а после термической обработки показывают уменьшение оптических потерь на 1 дБ/км при -70 °С;

5. оптические потери в волокнах с медными покрытиями до 600 °С остаются стабильными и даже могут уменьшаться при температуре 350 °С из-за рекристаллизации медного покрытия, что подтверждается методом ДСК и металлографически. Оптические потери и механические параметры ухудшаются из-за кристаллизации кварца начало которой приходится на температуру 630 °С;

6. полученные результаты реализованы в виде практических рекомендаций, методик исследования и прогнозирования прочности и трещиностойкости специальных оптических волокон, что позволило повысить выход годной продукции на 10% (Приложение А. Акт внедрения №65/63-54-а от 02.12.2022 и информационное письмо №65/63-3-ИнфП. От 06.10.2023 г. Приложение Б) выход годной продукции оптического волокна был заметно повышен.

Работа выполнена в рамках проектов РФФИ №22-29-00795 «Прогнозирование работоспособности и деградации волоконных световодов в экстремальных условиях эксплуатации» (ответственный исполнитель), Правительства Российской Федерации №218 от 22.11.2019 №075-11-2019-059, «Создание высокотехнологичного производства специальных оптических волокон, стойких к воздействию высоких и низких температур, водородосодержащих сред и ионизирующего излучения для систем телеметрии

объектов нефтегазовой, аэрокосмической и атомной промышленности”, (исполнитель).

5. Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем

По теме диссертационной работы Булатовым Максимом Игоревичем опубликовано 19 научных работ, в том числе 3 – в ведущих рецензируемых изданиях, 8 – в изданиях, индексированных в международных базах цитирования Web of Science и Scopus. Положения диссертации отражены в следующих публикациях:

- *Опубликованные в журналах, включенных в перечень ВАК (по направлению):*

1. **Булатов М. И., Шацов А. А.** Разрушение кварцевых оптических волокон с различными защитными покрытиями // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2021. – Т. 23. – № 3. – С. 47-52. (ВАК)

Соискателем найдена зависимость предела прочности от трещиностойкости оптических волокон с полиимидными и медными покрытиями. Проведено сравнение метода нахождения предела прочности с помощью осевого растяжения и метода дугоочечного изгиба, из-за малой длины волокна метод дугоочечного изгиба дает завышенные результаты (вклад автора 80 %)

2. **Булатов М. И., Панькова Д. А., Шацов А. А.** Истинная прочность оптических волокон различного диаметра // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2022. – Т. 24. – № 3. – С. 57-63. (ВАК)

Соискателем построены графики вероятности В. Вейбулла распределения прочности и найдено, что прочность волокна с различным диаметром по кварцу в алюминиевом покрытии, прочность волокна подчиняется «масштабному фактору». Кроме того, вклад алюминия в предел прочности оптических волокон вносит около 40 % для всех исследуемых диаметров. (вклад автора 40 %)

3. **Булатов М.И., Григорьев Н.С., Шацов А.А., Симонов Ю.Н.** Разрушение кварцевых оптических волокон с медными покрытиями в различных средах // Вестник ПНИПУ. Машиностроение. Материаловедение. – 2023. – Т. 25, № 3. – С. 55–64. (ВАК)

Соискателем построены графики вероятности В. Вейбулла распределения прочности волокон различного диаметра и при воздействии кислородной и инертной атмосферы. Подтверждено, что важную роль в прочность вносит углеродный подслоя, при увеличении подслоя углерода, прочность уменьшается. (вклад автора 25 %)

- *Научные статьи, опубликованные в журналах, индексируемых в МБЦ:*

4. **Булатов М. И., Шацов А. А., Григорьев Н. С., Мальков Н. А.** Трециностойкость, прочность и динамическая усталость кварцевых волокон с медными покрытиями // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2022. – Т. 16. – № 1. – С. 57-65.

Соискателем впервые найдена трециностойкость кварцевых волокон с медными покрытиями. Значения параметра интенсивности напряжения превосходят трециностойкость волокна без покрытия в 3-4 раза. Теоретически рассчитаны сжимающие напряжения в волокнах с металлическими покрытиями. (вклад автора 25 %) (Scopus)

5. **Bulatov M. I., Azanova I. S., Kosolapov A. F., Smirnova A. N., Saranova I. D.** Effect of Below-Freezing Temperature on Optical Loss of Polyimide Coated Optical Fibers // Bulletin of the Lebedev Physics Institute. – 2019. – Vol. 46. – No 9. – P. 276-278.

Измерены оптические потери при отрицательных температурах в волокнах с полиимидными покрытиями. Методом термогравиметрического анализа доказано, что при устранении остаточного растворителя оптические потери могут уменьшаться на 1 дБ/км. (вклад автора 20 %) (Web of Science, Scopus)

6. **Bulatov M. I., Shatsov A. A.** Strength and Fracture Resistance of Quartz Fibers with Polyimide Coatings // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2021. – Vol. 62. – No 6. – P. 756-762.

Соискателем впервые определена трециностойкость кварцевых волокон с полиимидными покрытиями и волокон без покрытия по методу Нишары, результаты волокон без покрытия совпадают с литературными данными. Кроме того, впервые предложена модель разрушения, основанная на обратном эффекте Ребиндера, то что увеличение прочности происходит за счет смачивания поверхности кварца полиимидом. (вклад автора 80 %) (Scopus)

7. **Bulatov M. I., Grigoriev N. S., Kosolapov A. F., Semjonov S. L.** Optical Loss in Copper-Coated Multimode Optical Fibers of Different Diameters // Physics of Wave Phenomena. – 2022. – Vol. 30. – № 6. – P. 397-400.

Измерены спектры оптических волокон с медными покрытиями различного диаметра. Показано, что наилучшие параметры будут показывать волокна диаметром свыше 160 мкм при величине отношения отражающей оболочки к рабочей длине волны излучения больше 6. (вклад автора 25 %) (Web of Science, Scopus)

8. **Bulatov M. I., Shatsov A. A., Grigorev N. S., Malkov N. A.** Strength, crack resistance and optical losses of heat-treated silica fibers coated with non-ferrous metal // Optical Fiber Technology. – 2023. – Vol. 75. – P. 103174.

Соискателем впервые проведены испытания оптических волокон с медным покрытием в вакууме. Измерены оптические потери, предел прочности и трециностойкости. Показано, что ухудшение прочности, трециностойкости и оптических потерь при высокой температуре кварцевых

волокон связано с кристаллизацией кварца при температуре выше 600 °С (вклад автора 25 %) (**Web of Science, Scopus**)

9. Konin Y. A., **Bulatov M. I.**, Mosheva E. V. [et al.] Investigation of the Properties of an All-Fiber Temperature Sensor Created Using the Melting Effect // Instruments and Experimental Techniques. – 2020. – Vol. 63. – No 4. – P. 511-515.

*Представлена структура лазерного пробоя и измерена прочность волокна методом осевого растяжения при различных органических покрытиях, оценена чувствительность датчика температуры. (вклад автора 20 %) (**Web of Science, Scopus**)*

10. Konin Y. A., Petrov A. A., Scherbakova V. A., **Bulatov M. I.**, [et al.] Structural characteristics of internal microcavities produced in optical fiber via the fuse effect // Journal of Optical Technology. – 2021. – Vol. 88. – No 11. – P. 672-677.

*Представлены волокна после лазерного пробоя, соискателем измерены прочностные характеристики и даны рекомендации по использованию органических покрытий при лазерном излучении. (вклад автора 10 %) (**Web of Science, Scopus**)*

11. Азанова И. С., Шевцов Д. И., Вохмянина О. Л., Саранова И. Д., Смирнова А.Н., **Булатов М.И.** [и др.] Опыт разработки термостойкого, радиационно-стойкого и водородостойкого оптического волокна // Фотоника. – 2019. – Т. 13. – № 5. – С. 444-451.

*Соискателем проделаны температурные и водородные эксперименты. Выявлено, что при вариации четыреххлористого углерода и бензола, можно изменять толщину углеродного подслоя. (вклад автора 10%) (**Scopus**)*

• В других изданиях:

12. Саранова И. Д., **Булатов М. И.**, Трутнев К. С. [и др.]. Исследование стойкости волоконных световодов в герметичном углеродном покрытии к проникновению водорода // Фотон-экспресс. – 2019. – № 6(158). – С. 382-383.

*Соискателем построены зависимости оптических потерь от длины волны в атмосфере водорода, проведены все натурные эксперименты. (вклад автора 20%) (**ВАК**)*

13. **Булатов М. И.**, Саранова И. Д., Смирнова А. Н. Исследование оптических волокон с полиимидным защитно-упрочняющим покрытием при воздействии высоких температур // Фотон-экспресс. – 2019. – № 6(158). – С. 192-193.

*Соискателем проделаны все температурные и прочностные эксперименты. Выявлено, что при термообработке свойства полиимида улучшаются, это связано с испарением остаточного растворителя, который удалось увидеть с помощью ТГА. (вклад автора 33%) (**ВАК**)*

14. Мальков Н. А., **Булатов М. И.**, Азанова И. С. Прочность оптических волокон с органическими покрытиями после воздействия аммиака // Вестник Пермского университета. Физика. – 2022. – № 1. – С. 16-21.

*Соискателем проделаны прочностные эксперименты, поставлены задачи по выдержки волокон в различных средах. (вклад автора 33%) (**ВАК**)*

15. Булатов М. И., Смирнова А. Н., Григорьев Н.С. [и др.]. Прочность и долговечность оптического волокна в полиимидном покрытии // Физика для Пермского края : Материалы региональной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Пермь. – 2019. – Выпуск 12. – С. 7-10.

Соискателем построены графики В. Вейбулла и рассчитана долговечность волокон с полиимидными покрытиями. (вклад автора 20%)

16. Булатов М. И., Шацов А. А. Трещиностойкость кварцевого волокна // Уральская школа молодых металлургов: Сборник материалов XX Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов-молодых ученых, Екатеринбург. – 2020. – С. 528-530.

Соискателем впервые найдена трещиностойкость кварца по методу Нишахары, которая совпала с литературными данными. (вклад автора 80%)

17. Мальков Н. А., Булатов М. И. Исследование влияния аммиака на механические характеристики оптических волокон с органическими покрытиями // Физика для Пермского края: материалы региональной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Пермь. – 2021. – Выпуск 14. – С. 7-11.

Соискателем дана интерпретация результатов прочности волокон при выдержке в щелочи. Кроме того, найден предел прочности волокон в органическом покрытии с помощью метода двухточечного изгиба в аммиаке. (вклад автора 50%)

18. Konin Y. A., Cherbakova V.A., Starikov S. S., **Bulatov M. I.**, Lutsenko A. S. Optical Discharge Velocity Measurement in Graded-Index Fiber // Proceedings of the 2021 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering, ElConRus 2021, Moscow. –2021. – P. 1314-1316. – DOI 10.1109/ElConRus51938.2021.9396655.

Соискателем проделаны все прочностные эксперименты, оказана помощь в оптических экспериментах по пробою. Выявлено, что при выжигании сердцевин с помощью лазера, предел прочности резко уменьшается. (вклад автора 20%)

19. Булатов М. И., Шацов А. А. Предел прочности кварцевых оптических волокон с органическими покрытиями // Физическое материаловедение. Актуальные проблемы прочности: Сборник материалов X Международной школы и LXIII Международной конференции, Тольятти, – 2021. – С. 117-119.

Соискателем проделаны механические эксперименты, построены зависимости прочности от трещиностойкости волокон с органическими и металлическими покрытиями. Вынесено предположение, что высокая трещиностойкость и прочность у волокон с металлическими покрытиями связана с сжимающими напряжениями. (вклад автора 80%)

6. Соответствие содержания диссертации специальности, по которой она рекомендуется к защите.

Представленная Булатовым Максимом Игоревичем диссертационная работа «Прочность, трещиностойкость и оптические потери кварцевых волокон с защитными покрытиями» соответствует паспорту научной специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки), а именно:

п. 5 – Установление закономерностей и критериев оценки разрушения металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий от действия механических нагрузок и внешней среды;

п. 6 – Разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий;

п. 12 – Разработка физико-химических процессов получения функциональных покрытий на основе новых металлических, неметаллических и композиционных материалов. Установление закономерностей влияния состава, структуры, технологии, а также эксплуатационных и других факторов на свойства функциональных покрытий.

7. Соответствие диссертационной работы требованиям, «Положения о присуждении ученых степеней», «Порядка присуждения ученых степеней в ПНИПУ».

Диссертационная работа Булатова Максима Игоревича отвечает требованиям, установленным п. 14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842 (с изм. от 11.09.2021 г.). Соискатель Булатов М.И. в тексте диссертационной работы корректно ссылается на авторов и (или) источники заимствования материалов, в том числе при использовании результатов научных работ, опубликованных соискателем лично или в соавторстве.

Диссертация *«Прочность, трещиностойкость и оптические потери кварцевых волокон с защитными покрытиями»* Булатова Максима Игоревича

рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Заключение обсуждено и принято на заседании кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» Пермского национального исследовательского политехнического университета.

Присутствовало на заседании 9 чел. Результаты голосования: «за» - 9 чел., «против» - нет, «воздержалось» - нет, протокол № 26- от «3» июля 2023 г.

Заместитель заведующего кафедрой
«Металловедение, термическая и
лазерная обработка металлов»
кандидат техн. наук, доцент



/Закирова М.Г./