

## ОТЗЫВ

официального оппонента Пономарева Романа Сергеевича на диссертационную работу Булатова Максима Игоревича «Прочность, трещиностойкость и оптические потери кварцевых волокон с защитными покрытиями», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности «2.6.17 Материаловедение (технические науки)»

Диссертационная работа М. И. Булатова направлена на исследование механических и оптических характеристик специальных оптических волокон с защитно-упрочняющими покрытиями из органических и металлических материалов в условиях повышенных и пониженных температур, а также при воздействии водородной среды. В исследовании использовались современные технологические подходы и методы, которые позволили автору получить уникальные научные результаты. Эти результаты имеют важное прикладное значение для разработки оптических волокон с улучшенными механическими и оптическими характеристиками, работоспособностью в широком диапазоне внешних условия. В своих выводах диссертант приводит объяснения физических явлений, наблюдаемых при испытании кварцевых волокон с различными защитно-упрочняющими покрытиями в агрессивных средах. Эти объяснения вносят существенный вклад в понимание процессов, происходящих в оптических волокнах и их покрытиях, и имеют практическую ценность для специалистов, работающих в области оптической связи.

**Актуальность темы диссертационной работы** подтверждается растущим интересом к разработке и использованию оптических волокон в разных областях, включая телекоммуникации, авиационную, космическую, оборонную промышленности, медицину, энергетику, включая мониторинг состояния электроэнергетических сетей и передачи данных в распределенных системах управления энергией. Кварцевые волокна являются основным материалом для создания оптоволоконных кабелей, но при этом они подвержены различным внешним воздействиям, таким как механические

нагрузки, температурные перепады, влажность и химические воздействия. В результате таких воздействий кварцевые волокна могут испытывать деформацию, трещины и образование потерь в передаче оптического сигнала. Понимание механизмов повреждения кварцевых волокон и влияния защитных покрытий, которые позволяют минимизировать образование трещин и защитить волокна от внешних факторов, является критическим для обеспечения надежной и стабильной работы волоконно-оптических систем. Понимание и управление оптическими потерями важно для оптимизации производительности волоконно-оптических систем и повышения их долговечности.

Тематика диссертации соответствует приоритетному направлению развития науки, технологий и техники в Российской Федерации «Переход к передовым цифровым, интеллектуальным производственным технологиям, роботизированным системам, новым материалам и способам конструирования, создание систем обработки больших объемов данных, машинного обучения и искусственного интеллекта». Данная программа была утверждена в 2019 году, новая редакция утверждена постановлением Правительства Российской Федерации №518 от 31.03.2021 года. Период реализации программы от 2019 года до 2030 года.

Часть исследовательской работы диссертантом выполнена в рамках проектов Российского научного фонда (№22-29-00795, “Прогнозирование работоспособности и деградации волоконных световодов в экстремальных условиях эксплуатации”, ответственный исполнитель); гранта по постановлению Правительства Российской Федерации №218 от 22.11.2019 года (№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).

**Общая методология и методика исследования** соответствует современному уровню развития науки и техники, используемые подходы к решению поставленных задач научно обоснованы.

Диссертационная работа М.И. Булатова представлена в стандартном логичном изложении и состоит из введения, пяти глав, заключения. Общий объем диссертации составляет 139 страниц, включая 61 рисунок, 14 таблиц, 2 приложения, списка используемой литературы из 150 наименований.

### **Структура и анализ содержания работы**

Во **введении** описана мотивация автора, определены цель и задачи исследования, показана актуальность темы исследования, ее степень разработанности. Также во введении раскрывается научная новизна выполненной работы и её практическая значимость, сформулированы положения, выносимые на защиту, указан личный вклад автора работы в процесс исследования.

В **первой главе** представлен литературный обзор, охватывающий технологические особенности вытяжки специальных оптических волокон. В первой главе также рассматриваются наиболее распространенные защитно-упрочняющие покрытия, приводятся эксплуатационные характеристики покрытий и области применения волокон с данными покрытиями. Особое внимание уделено механическим свойствам специальных волокон: процессам разрушения и механизмам образованию трещин. Автором аккуратно проанализированы работы, в которых упоминается изменение оптических потерь кварцевых волокон при воздействии агрессивных сред. В конце главы диссертант приводит структурированную информацию по оптическим волокнам с полиимидным, металлическими (алюминий, медь) покрытиями, а также по оптическим волокнам с подслоем углерода. Делается вывод, об отсутствии литературных данных по трещиностойкости оптических волокон с различными покрытиями.

Во **второй главе** описаны исследуемые образцы кварцевых волокон без защитно-упрочняющего покрытия и с покрытиями из меди, алюминия,

полиимида, а также описаны способы пробоподготовки. Также в этой главе описаны применяемые методики экспериментальных исследований механических и оптических свойств кварцевых волокон. Измерение прочности исследуемых образцов осуществлялось с помощью двух методов: двухточечного изгиба и одноосного растяжения. Для представления прочностных результатов испытаний была применена статистика В. Вейбулла. Показано, что по оценке показателя плотности повреждения  $m$  можно классифицировать оптическое волокно как бездефектное или отнести его к браку. Для определения трещиностойкости была адаптирована методика А. Ниихары. ДюрOMETрический анализ выполнялся согласно ГОСТ 9450-76. Исследование микроструктуры и отпечатков индентирования было проведено с помощью оптической и сканирующей электронной микроскопии. Для измерения оптических потерь в кварцевых волокнах при испытаниях в экстремальных условиях использовался метод обрыва (эталонный метод). Диссертантом впервые была адаптирована методика нахождения энергии активации процесса деструкции по Киссинджеру в полиимидных покрытиях с помощью термогравиметрического анализа при различных скоростях нагрева, а также оценены тепловые свойства методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Исходя из уравнения Аррениуса рассчитан срок службы различных типов волокон. Фазовый состав кварца был исследован рентгенофазовым методом.

**Третья глава** диссертационной работы М.И. Булатова посвящена оптическим волокнам без покрытия. Приводятся результаты исследований таких волокон (структура, прочность, трещиностойкость). Показано сравнение механических характеристик оптических волокон, вытянутых без покрытия и волокон, у которых покрытие было удалено химическим путем. Отдельное внимание уделяется волокнам с полиимидными и углерод/полиимидными покрытиями. Для нахождения механических, термодинамических, оптических характеристик данных кварцевых волокон применяются методы, описанные во второй главе. Кроме того, с помощью

высокоразрешающей сканирующей электронной микроскопии диссертанту удалось определить средний размер дефектов кварцевых волокон, которые приводят к их разрушению. На основе испытаний в водородосодержащей среде, диссертант дает рекомендации по нанесению углеродного слоя на кварцевые оптические волокна с целью изготовления водородостойкого оптического волокна.

В **четвертой главе** представлены экспериментальные данные по измерению прочности, твердости, трещиностойкости кварцевых оптических волокон с медными и алюминиевыми защитно-упрочняющими покрытиями. Диссертант акцентирует внимание на факте того, что рост трещиностойкости определяют сжимающие напряжения на поверхности кварца при нанесении металлического покрытия.

При исследовании оптического волокна с алюминиевым защитно-упрочняющим покрытием с различной толщиной кварцевой оболочки была показана роль «масштабного эффекта». Впервые оценен вклад алюминия в предел прочности оптических волокон, который необходимо учитывать для определения истинной прочности.

При исследовании оптического волокна с медным защитно-упрочняющим покрытием установлено, что нанесение медного покрытия повышает трещиностойкость в 3-4 раза по сравнению с оптическими волокнами без покрытия. При повышении температуры более 800 °С трещиностойкость уменьшается в два раза, что связано с кристаллизацией кварца. Кристаллизация кварца подтверждена экспериментально методом дифференциальной сканирующей калориметрии и с помощью сканирующего электронного микроскопа.

**Пятая** глава посвящена испытаниям оптических волокон с медным покрытием в экстремальных условиях эксплуатации. Определены соотношения диаметров кварцевой оболочки к рабочей длине волны излучения при которой оптические потери являются минимальными, даны рекомендации по вытяжке оптических волокон. Показано, что при

температуре  $\sim 350$  °С у образцов происходит снижение оптических потерь из-за рекристаллизации медного покрытия. Данный факт подтвержден экспериментально методами дифференциальной сканирующей калориметрии и сканирующей электронной микроскопией.

Проведены испытания при воздействии водорода, в результате которых подтверждено, что оптические потери после воздействия водорода имеют обратимый характер, т.е. при удалении источника молекулярного водорода оптические потери в волокне будут уменьшаться. Из результатов экспериментов определена энергия активации насыщения молекулярным водородом, а также оценено время насыщения при различных температурах.

**Научная новизна** работы заключается в следующем:

- С помощью метода Нииахары впервые была определена трещиностойкость кварцевых волокон с органическими и металлическими покрытиями.
- Экспериментально установлено, что значительный регресс оптических и механических свойств у волокон с сердцевинной из чистого кварца и оболочкой легированной фтором обусловлен кристаллизацией кварца в интервале температур от 630 °С до 800 °С.
- Была выдвинута гипотеза о том, что возрастание прочности и трещиностойкости оптических волокон с полиимидными покрытиями объясняется обратным эффектом Ребиндера и сжимающими напряжениями, возникающими при охлаждении волокон с металлическими покрытиями. Был проведен экспериментальный анализ для проверки данной гипотезы.

**Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации**

Научные положения, выносимые на защиту, основаны на корректном анализе результатов экспериментальных исследований и корректных

математических расчетах, поэтому являются вполне обоснованными. Экспериментальные данные получены с использованием современного оборудования известных производителей, имеющих хорошую репутацию, и согласуются с основными теоретическими положениями. Результаты испытаний оптического волокна с разными защитно-упрочняющими покрытиями в агрессивных средах согласуются с литературными источниками, в тех случаях, когда такое сопоставление возможно. Выводы и заключения являются логичными, последовательными и отражают суть проведенных исследований.

### **Значение выводов и рекомендаций, полученных в диссертации, для науки и практики**

Результаты диссертационных исследований были представлены на 5 всероссийских и 3 международных конференциях и семинарах. Достигнутые результаты были отражены в 19 печатных работах, включая 3 статьи, опубликованные в рекомендуемых ВАК РФ журналах, и 8 статей, опубликованных в изданиях, индексируемых Scopus и WoS. Данный факт однозначно свидетельствует о высоком уровне выполненной работы и глубоких знаниях диссертанта.

Исследование было поддержано в 2022 г. персональными стипендиями: имени Ж. И. Алферова для молодых ученых в области физики и нанотехнологий (СПА-2022) и Президента Российской Федерации, соответствующая приоритетным направлениям модернизации и технологического развития экономики России.

Рекомендации, полученные в результате диссертационного исследования, внедрены в ПАО «ПНППК» (подтверждается актом внедрения №65/63-54-а от 02.12.2022 года и информационным письмом №65/63-3-ИнфП. от 06.10.2023 года) и используются при производстве, исследовании и прогнозировании свойств кварцевых волокон с полиимидным и углерод/полиимидным покрытиями. Выход годной продукции кварцевого

оптического волокна, получаемого из каждой вытяжки преформы увеличился более, чем на 10 %.

### **Замечания по содержанию и оформлению диссертации:**

1. Стр. 58. Диссертантом не доказано, что трещины не увеличиваются при травлении образца. Спорное утверждение.
2. Стр. 91 «Выводы по главе 4» п.1. – не уточняется фаза кварца.
3. Не представлено экспериментальных данных по термоциклам кварцевого волокна с алюминиевым покрытием. Интересно было бы сравнить кварцевые волокна с двумя различными металлическими покрытиями (медное и алюминиевое).
4. В оглавлении отсутствует пункт «Список литературы».
5. В тексте диссертации работы присутствуют немногочисленные грамматические и стилистические ошибки.
6. В заключении к диссертации не представлены перспективы дальнейшей разработки темы.

### **Заключение**

Диссертационная работа Максима Игоревича Булатова «Прочность, трещиностойкость и оптические потери кварцевых волокон с защитными покрытиями» полностью отвечает требованиям п.9 «Положения о присуждения ученых степеней» и критериям, которым должны отвечать диссертации на соискание ученых степеней, утвержденным «Порядком присуждения ученых степеней в ПНИПУ», утв. ректором ПНИПУ от 09 декабря 2021 года.

Представленные в диссертации результаты исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы. Работа выполнена на высоком теоретическом, экспериментальном и профессиональном уровне. В диссертации соблюдаются принципы соответствия поставленной цели, задачи исследования и полученных результатов исследования. Материалы



диссертации изложены понятным научным языком и хорошо проиллюстрированы.

Отмеченные недостатки и указанные замечания не снижают ценность работы и не влияют на высокую оценку проведенного исследования.

Содержание диссертации полностью отражено в публикациях, представленных в конце автореферата. Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации.

Булатов Максим Игоревич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Я, Пономарев Роман Сергеевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Булатова Максима Игоревича, и их дальнейшую обработку.

**Официальный оппонент:**

кандидат физико-математических наук,  
заведующий молодежной лабораторией  
интегральной фотоники Пермского  
государственного национального  
исследовательского университета

 Р.С. Пономарев/

«Подпись Р.С. Пономарева удостоверяю»



«8» декабря 2023 г.

614068, г. Пермь, Букирева, д.15, ПЕРМИУ  
E-mail: kuperok2003@mail.ru  
Телефон: +7 (922) 315 10 03



Наименование научной специальности, по которой была защищена кандидатская диссертация: 01.04.07 – физика конденсированного состояния