

УТВЕРЖДАЮ



Зам. директора по научной работе,

доктор физ.-мат. наук,

/Брунков П.Н./

“ 9 ” \_марта\_ 2023 г.

## ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук  
(ФТИ им. А.Ф. Иоффе)

на диссертационную работу **Стрюкова Дмитрия Олеговича**  
“Исследование процесса выращивания из расплава монокристаллических и  
эвтектических оксидных волокон”,  
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук  
по специальности 1.3.8 – “Физика конденсированного состояния”

Актуальность создания высокотемпературных материалов и конструкций на их основе обусловлена созданием нового поколения авиационных и ракетных двигателей с повышенными техническими характеристиками. Одним из направлений для создания данного класса материалов является разработка композитов, в которых в качестве армирующего компонента выступают монокристаллические высокомодульные непрерывные волокна на основе оксида алюминия. Такие волокна обладают высокой прочностью и твердостью, химической инертностью и теплопроводностью, низким термическим расширением и радиационной стойкостью, а также высоким сопротивлением ползучести и высокой температурой плавления. Благодаря уникальному сочетанию

свойств волокна и матрицы композиционные материалы, армированные монокристаллическими и эвтектическими оксидными волокнами, обладают повышенными удельными механическими характеристиками при высоких температурах. Для совершенствования способов получения и улучшения физическо-механических характеристик материалов за счет армирования требуется высокое качество, а также большой объем волокон и как следствие высокая производительность методов их получения. Поэтому разработка и совершенствование методик получения таких волокон является актуальной задачей. Решению этих, весьма актуальных, как с научной, так и практической точки зрения задач и посвящена рецензируемая диссертационная работа.

**Основные результаты диссертации, их достоверность, научная и практическая значимость**

В главе Введение приводится обоснование актуальности темы данной диссертационной работы, диссертантом поставлены цели и задачи исследования, а также описаны научная и практическая значимость результатов, перечислены основные положения, выносимые на защиту.

В Первой главе приведен обзор литературы по теме представленной диссертации, рассмотрены применения непрерывных оксидных волокон в качестве наполнителя для композиционных материалов. Указаны основные свойства таких волокон, а также приведены варианты их изготовления, включающие edge-defined, film-fed growth (EFG), micro-pulling down ( $\mu$ -PD), laser-heated pedestal growth (LHPG) и метод внутренней кристаллизации.

Во Второй главе диссертационной работы приведены основные расчеты профильных кривых волоконных менисков расплава в статическом приближении и их анализ. На основании выполненных расчетов установлено оптимальное значение отношения ширины зазора между краями мениска и рабочей поверхностью формообразователя. Также приведены вычисления из сигнала датчика веса уровня расплава и значения реального радиуса кристалла эквивалентного растущему. Эти данные используются в



автоматизированной системе как в качестве дополнительного канала регулирования, так и для оценки и управления формой и качеством растущих кристаллов.

В Третьей главе диссертационной работы представлены основные полученные результаты по выращиванию и характеристике монокристаллических волокон. Для выращивания волокон использовалась специально созданная тепловая зона и технологическая оснастка из молибдена. Особое внимание уделялось разработке формообразующих устройств. При выращивании используется специально разработанное программное обеспечение для управления процессом с использованием датчика веста, в которое также входят приведенные в предыдущей главе расчёты.

Было установлено, что из-за конвективных потоков газа, во время выращивания происходят колебания волокон, что существенно влияет на качество поверхности. Для устранения влияния колебания выращиваемых волокон в диссертационной работе предложено использование специально разработанной системы, демпфирующей эти колебания. Указано, что данный подход позволяет снизить шероховатость поверхности получаемых волокон практически на 2 порядка. Следует отдельно отметить, что на описываемую систему стабилизации был получен Патент на изобретение «Устройство для выращивания из расплава тугоплавких волокон со стабилизацией их диаметра».

В диссертационной работе получены монокристаллические волокна сапфира ( $Al_2O_3$ ) и иттрий алюминиевого граната ( $Y_3Al_5O_{12}$ ). Проведена оптимизация параметров выращивания, даны рекомендации по диапазону скоростей для минимизации объемных дефектов. Приведены данные механических испытаний полученных волокон различными методами при температурах 20°C и 1400°C. Полученные характеристики не уступают характеристикам, получаемым другими исследователями.

Четвертая глава диссертационной работы посвящена выращиванию и характеристике оксидных эвтектических волокон. С использованием тепловой зоны и технологической оснастки описанной в предыдущей главе получены оксидные эвтектические гранат-содержащие ( $Al_2O_3$ - $Y_3Al_5O_{12}$ ,  $Al_2O_3$ - $Er_3Al_5O_{12}$ ) и перовскит-содержащие ( $Al_2O_3$ - $GdAlO_3$ ) волокна. Исследована их микроструктура в зависимости от скорости выращивания. Для волокон  $Al_2O_3$ - $Y_3Al_5O_{12}$  и  $Al_2O_3$ - $Er_3Al_5O_{12}$  показано что зависимость характерного размера их микроструктуры от скорости выращивания соответствует модели кристаллизации Ханта-Джексона. Следует отдельно отметить, что для эвтектики с  $Gd_2O_3$  определены условия формирования регулярной волоконной («rod-like») субмикронной структуры. Также приведены данные механических испытаний полученных волокон различными методами как при комнатной, так и при температурах до 1400°C. Полученные характеристики не уступают характеристикам, получаемым другими исследователями.

Пятая глава целиком посвящена вопросам изготовления образцов слоистых композитов, армированных сапфировыми волокнами, с двумя различными матрицами: с матрицей на основе ниобия и алюминия и с матрицей на основе ниобия и молибдена. Композиты изготавливались на установке для горячего прессования методом диффузионной сварки в вакууме. Также следует отметить, что на описываемый композит и способ его получения был получен Патент «Высокотемпературный слоисто-волоконистый композит, армированный оксидными волокнами, и способ его получения». Для полученных образцов были измерены механические характеристики при различных температурах, приведены их деформационные зависимости, показавшие что данным материалам присуще квазипластическое поведение под нагрузкой.

Объектом изучения данной диссертации является исследование процесса выращивания из расплава монокристаллических и эвтектических оксидных волокон на основе оксида алюминия.



Большая часть полученных в диссертации результатов имеет непосредственное практическое значение. Разработанные методики открывают новые возможности для применения монокристаллических и эвтектических волокон на основе  $Al_2O_3$  в качестве армирующих компонентов высокотемпературных конструкционных материалов.

Значительная часть результатов диссертационной работы были получены в ходе выполнения работ по гранту Российского научного фонда и двум грантам Российского фонда фундаментальных исследований.

### **Достоверность результатов работы**

Достоверность полученных в диссертационной работе результатов подтверждается хорошей корреляцией полученных результатов с результатами зарубежных исследователей.

Основные результаты диссертации опубликованы в 8 статьях в научных журналах, входящих в Перечень ВАК РФ, 3 главах монографий и 3 патентах РФ. Материалы работы неоднократно обсуждались на Российских и Международных научных конференциях.

### **Структура и объем работы**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, основных результатов и выводов, списка литературы. Содержание диссертации изложено на 146 страницах, иллюстрировано 74 рисунками и 2 таблицами. Список цитируемой литературы включает 171 источник.

### **Замечания по работе**

При общей положительной оценке работы необходимо сделать следующие замечания.

1. В работе выполнен анализ и проведены расчеты поведения профильных кривых менисков расплава применительно к стержням малого диаметра, то есть к волокнам. Учитывая, что подобные расчеты проводились ранее для кристаллов большого диаметра, было бы желательно сформулировать критерий перехода к «малому» диаметру и показать специфику и отличия расчетов для выращивания волокон.

2. Разработанная автоматизированная система управления выращиванием волокон с учетом уровня расплава и реального радиуса кристалла, судя по практическим результатам весьма эффективна. Однако в диссертации отсутствуют конкретные примеры изменения параметров в процессе роста. Также же для лучшего понимания алгоритма управления было бы желательно привести блок-схему АСУ.
3. Предложенная и реализованная система стабилизации диаметра волокна дает значительное уменьшение шероховатости. В работе показано устройство для случая роста одного волокна. Неясно применялось ли аналогичное устройство при выращивании волокон групповым методом.
4. Есть также замечания по оформлению работы. Например, на нескольких рисунках нет расшифровки обозначения кривых (рис.5, 15, 17, 18,21). На рис 6, стр23 указана ссылка [49], а в тексте ссылка [66]

### Заключение

Сделанные замечания, которые в основном носят характер пожеланий для последующих исследований диссертанта, не могут существенным образом повлиять на общую, несомненно, положительную оценку рецензируемой работы. Оценивая в целом диссертацию Д.О. Стрюкова, можно с уверенностью сказать, что работа является законченным научным исследованием и выполнена автором на высоком методическом уровне.

Новые научные результаты, полученные диссертантом, имеют существенное значение для дальнейшего развития методик получения монокристаллических и эвтектических волокон на основе оксида алюминия и изделий из них. Работа свидетельствует о широкой научной эрудиции соискателя и его высоких навыках исследователя. Автореферат достаточно полно и правильно отражает содержание диссертации.

По объему выполненных задач, актуальности исследования и практической значимости полученных результатов работа Д.О. Стрюкова полностью удовлетворяет всем требованиям ВАК, предъявляемых к



кандидатским диссертациям, соответствует паспорту специальности 1.3.8 «Физика конденсированного состояния» и отвечает требованиям п.п. 2, 4, 5, 9, 11 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям., а ее автор – Стрюков Дмитрий Олегович заслуживает присуждения ему степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – “Физика конденсированного состояния”.

Доклад по материалам диссертации и отзыв обсужден и одобрен на семинаре лаборатории физики профилированных кристаллов Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН, 1 марта 2023 г.

Отзыв составлен:

Николаев Владимир Иванович, к.ф.-м.н. по специальности физика твердого тела (01.04.07), Зав. Лабораторией физики профилированных кристаллов Федерального государственного бюджетного учреждения науки

Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе

«9» марта 2023 г.

Николаев В.И.

Согласен на обработку персональных данных.

«9» марта 2023 г.

Николаев В.И.

Подпись Николаева В.И. заверяю:

Ученый секретарь

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, к.ф.-м.н.



Патров М.И.

Сведения об организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук (Ioffe Institute),

194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, (812) 297-2245

post@mail.ioffe.ru . http://www.ioffe.ru