

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу

Стрюкова Дмитрия Олеговича

на тему

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»

Диссертационная работа Д.О.Стрюкова направлена на исследование процесса кристаллизации монокристаллических и эвтектических оксидных волокон. Актуальность работы в этом направлении связана с потребностями промышленности в разработке новых конструкционных материалов, обеспечивающих структурную стабильность при эксплуатации в условиях высоких температур в течение длительного времени. А одним из возможных путей решения современных проблем конструкционного материаловедения является разработка композитных материалов за счет армирования металлических или керамических матриц оксидными монокристаллическими или эвтектическими волокнами. Выполненные Д.О.Стрюковым исследования являются актуальными и с точки зрения развития современных методов профилированного роста кристаллических материалов, основы которого были разработаны выдающимся советским ученым профессором Степановым А.В.. В работе есть также новизна и практическая значимость.

Диссертационная работа Д.О.Стрюкова состоит из введения, пяти 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.

Во **Введении** представлена, мотивация и актуальность, цель работы и задачи, которые нужно решить для ее достижения, научная новизна и практическая значимость, положения, выносимые на защиту. Отмечен личный вклад автора, апробация работы, публикации по теме диссертации.

В **Главе 1. Обзор литературы** дана информация об имеющихся на настоящий момент актуальных запросах промышленности в принципиально новых семействах (классах) конструкционных материалов с повышенной прочностью и пластичностью, обеспечивающих стабильность и однородность физико-механических свойств таких

материалов в широком интервале температур эксплуатации. В качестве наиболее перспективного пути решения этой проблемы рассматривается упрочнение определенных матричных сред кристаллическими волокнами. В этой связи в обзоре приводятся данные об основных свойствах монокристаллических и эвтектических оксидных волокон. Подробно рассматриваются наиболее известные методы получения оксидных волокон из расплава: метод выращивания с пленочной подпиткой при краевом ограничении роста – edge-defined, film-fed growth (EFG); метод микровытягивания вниз - micro pulling down (μ -PD); метод выращивания с пьедестала с использованием лазерного нагрева - laser-heated pedestal growth (LHPG); метод внутренней кристаллизации- internal crystallization method (ICM) и проводится их сравнительный анализ. Делается вывод о перспективности использования метода выращивания Степанова/EFG для получения волокон высокого качества в больших объемах.

В Главе 2. Расчеты профильных кривых волоконных менисков проведены расчеты профильных кривых волоконных менисков в динамических моделях системы “кристалл-расплав” являющихся необходимыми для разработки автоматизированных систем управления процессами роста с помощью датчика веса. Рассмотрен ряд публикаций, посвященных исследованию поведения форм менисков расплава и их влиянию на процесс кристаллизации. Представлены основные принципы системы контроля, разработанные ранее для выращивания профилированных кристаллов из расплава методом Степанова/EFG. В данной работе изучение профильных кривых менисков расплава проводилось на основе численного решения капиллярного уравнения Лапласа с различными параметрами и краевыми условиями, соответствующими параметрам и условиям выращивания оксидных кристаллов методом Степанова/EFG. Вычислены высоты волоконных менисков расплава и углы их контактов с формообразователем, которые используются в уравнении наблюдения АСУ ростом кристаллов. В качестве одного из каналов регулирования АСУ ростом кристаллов предлагается контроль изменения внешнего статического давления посредством изменения скорости перемещения тигля, что позволяет управлять не только формой кристаллического волокна, но и их качеством в ходе процесса выращивания. По показаниям датчика веса и выражениям (9), (10)(раздел 2.2.1) может быть вычислен реальный уровень расплава в тигле и скорости его изменения, что в свою очередь позволяет позиционировать тигель с расплавом в необходимом положении, задавать скорость перемещения тигля в виде некоторой функции от положения уровня расплава. Разработан способ определения реального (эквивалентного) радиуса кристалла из весового сигнала в процессе роста методом Степанова/EFG. Знание реального радиуса кристалла в ходе роста может

применяться в автоматизированной системе регулирования процессом выращивания в качестве источника информации о зоне кристаллизации.

В *Главе 3. Выращивание и исследование монокристаллических волокон* автор диссертации описывает методики получения из расплава оксидных волокон малого диаметра (до 150 мкм), а именно сапфира и иттрий-алюминиевого граната при использовании метода Степанова/EFG. Подробно останавливается на формировании тепловой зоны и технологической оснастке при использовании индукционного нагрева, выборе материалов концентратора, тигля, формообразователя, системы экранов. Отмечается важность независимого размещения формообразователя относительно тигля. Различные варианты нижнего экрана используются для получения вертикального температурного градиента близкого к линейному, что обеспечивает низкие термоупругие напряжения и позволяет получать сапфировые волокна с низким уровнем дефектов.

Большое внимание уделено конструкции формообразователя и технологии его изготовления. Оптимальный вариант предлагается в виде молибденового формообразователя с центральным подпитывающим каналом. Для группового выращивания основными параметрами формообразователя являются подобие диаметров отверстий и площадок каждого отдельного формообразователя, а также расположение рабочих поверхностей формообразователей в одной плоскости. Все перечисленные выше параметры являются неизменяемыми в процессе выращивания. Изменяемыми параметрами регулирования, которыми можно поддерживать требуемые условия на фронте кристаллизации, являются скорость выращивания, изменение подаваемой мощности на индуктор и изменение положения тигля. Наибольшее внимание в диссертации уделяется разработке автоматизированной системы управления выращиванием волокон с использованием датчика веса с учетом поведения профильных кривых менисков, расчета реального уровня расплава в тигле и реального (эквивалентного) радиуса кристалла. Подробно описывается весь эксперимент, начиная от процесса затравливания в ручном режиме и стационарного роста с использованием АСУ. Используемое ростовое оборудование позволяет выращивать кристаллическое волокно длиной 0.5 и 1.3 м. Для увеличения производительности разработан способ группового выращивания оксидных монокристаллических и эвтектических оксидных волокон в двух вариантах расположения формообразователей: линейном и круговом. Для предотвращения колебания волокон и снижения их шероховатости была разработана система стабилизации их диаметра. В автоматизированном режиме получены сапфировые волокна диаметром от 150 до 500 мкм, длина волокон составляла до 1300 мм. Выращенные со скоростями до 500 мм/ч (оптимальный интервал скоростей вытягивания

100-150 мм/ч) волокна монокристалличны, ориентация, задаваемая затравочным кристаллом, сохраняется на всей длине волокна. Проведена оценка прочности сапфировых волокон при изгибе и при растяжении. Получено монокристаллическое волокно YAG диаметром 210 мкм, однако указывается, что формирование фазовчистых монокристаллических волокон состава $Y_3Al_5O_{12}$ остается сложной задачей. В диссертации предложено оригинальное решение по формированию торцов, имеющих форму сферических поверхностей, что позволило разработать систему ввода излучения в сапфировое волокно через микролинзу в форме полусферы, получаемой непосредственно в процессе выращивания волокна.

В *Главе 4. Выращивание и исследование оксидных эвтектических волокон* автор диссертации акцентирует свое внимание на особенностях выращивания оксидных эвтектических волокон по сравнению с монокристаллическими. Рассматриваются оксидные эвтектические волокна на основе оксида алюминия как наиболее перспективные наполнители волокнистых композитов. Отмечается, что важным преимуществом применения метода Степанова/EFG является возможность варьировать микроструктурой волокна посредством изменения скорости вытягивания, как дискретно, так и непрерывно непосредственно в процессе выращивания. С другой стороны возможность формообразования в совокупности с АСУ позволяют получать волокна, имеющие постоянное сечение и однородную микроструктуру. Получены эвтектические волокна составов $Al_2O_3-Y_3Al_5O_{12}$, $Al_2O_3-Er_3Al_5O_{12}$ (гранат-содержащие), $Al_2O_3-GdAlO_3$ (перовскит – содержащие) и изучена их микроструктура. Проведены испытания волокон на прочность при изгибе и при растяжении.

В *Главе 5. Армирование слоистых композитов* рассматриваются методики изготовления образцов слоисто-волоконистых 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 в установке для горячего прессования методом диффузионной сварки в вакууме. Объемная доля волокна в системе $Al_2O_3/Nb-Al$ составляла 18 %, в системе $Al_2O_3/Nb-Mo$ – 34%. Механические характеристики полученных композитов были исследованы с точки зрения обеспечения необходимого баланса прочности, трещиностойкости и сопротивления ползучести. Микроструктура исследованных слоисто-волоконистых композитов демонстрирует многофазность. Полученные деформационные зависимости свидетельствуют о квазипластичном поведении композиционных материалов под нагрузкой.

В разделе *Основные результаты и выводы* автор диссертации подвел итоги диссертационной работы, отметив то, что сделано впервые.

Научная и практическая значимость работы.

Проведенные исследования позволили Д.О.Стрюкову получить *новые научные результаты*, к главным из которых можно отнести:

- Впервые, на основе численного решения уравнения Лапласа, исследованы профильные кривые менисков расплава, характерных для процессов выращивания волокон методом Степанова/EFG.
- Разработана АСУ, в которой производится расчет реального уровня расплава в тигле и реального (эквивалентного) радиуса кристалла.
- Разработана методика группового выращивания оксидных монокристаллических и эвтектических волокон диаметром 150-400 мкм.
- Разработана методика получения слоистых композитов с металлической матрицей, армированной сапфировыми волокнами.

Научная значимость работы Д.О.Стрюкова подтверждается полученными им грантами РФФИ и грантом РНФ. Материалы диссертации опубликованы в 8 статьях, 3 главах монографий, доложены на многочисленных Российских и Международных конференциях. К значимым практическим результатам работы необходимо отнести разработку автоматизированной системы управления выращиванием волокон с использованием датчика веса с учетом поведения профильных кривых менисков. Важность полученных **практических результатов** подтверждается получением двух патентов РФ на 1. Разработку системы механической стабилизации диаметра монокристаллических и эвтектических волокон, позволяющая существенно снизить шероховатость их поверхности; 2. Разработку способа получения высокотемпературных слоисто-волокнистых композитов с матрицей на основе Nb и Mo, а также их твердых растворов и интерметаллидов с алюминием, армированных сапфировыми волокнами.

Приведу отдельные замечания.

1. В диссертационной работе говорится о разработанной лабораторной технологии выращивания сапфировых волокон по методу Степанова/EFG, и проведенной оптимизации параметров выращивания. Однако, в работе нет данных о воспроизводимости процессов кристаллизации, в том числе не указан % выхода годных волокон, стабильность диаметра волокна, отсутствие/наличие пузырей и трещин. Данная информация очень важна для разработки технологического регламента получения волокон малого диаметра.
2. В случае группового выращивания рассматриваются линейный и круговой варианты формообразователя. Отсутствие сравнительных данных по результатам кристаллизации в автоматическом режиме с использованием АСУ не позволяет

сделать вывод о преимуществах использования каждого из формообразователей при реализации конкретных задач, например при получении волокон заданного фазового состава или оптического качества.

3. Предложенное диссертантом использование перемещения тигля с расплавом посредством нижнего штока для поддержания постоянных тепловых условий на фронте кристаллизации указано в двух возможных вариантах: быстрое и медленное. Однако, при описании группового процесса выращивания волокон нет информации о возможных пределах перемещения тигля в автоматическом режиме с использованием АСУ поскольку в таком случае для более полного использования расплава формообразователь опускается практически до дна тигля.
4. В диссертационной работе приводятся данные по механическим испытаниям при изгибе и при растяжении волокон различного фазового состава, как монокристаллических, так и эвтектических. В тексте разделов и в выводах по испытаниям образцов (разделы 3.6, 4.4) фиксируется сам факт испытаний, но не проводится анализа полученных результатов. Необходимо отметить большой разброс экспериментальных данных, полученных для образцов(волокон) одного и того же диаметра и представленных на рисунках 48,49.
5. Во введении к диссертационной работе и кратком введении к разделу 5 не рассматриваются используемые сегодня и наиболее эффективные способы получения армированных сапфиром композитных материалов. Не обосновывается выбор матричного материала. Не объясняется значительная (18 и 34 %) разница в содержании армирующего сапфирового волокна в исследованных матричных материалах. Отсутствие этих данных не позволяет оценить значимость предложенного метода получения композитного материала.


Отмеченные замечания несколько не снижают общего положительного впечатления о диссертационной работе Стрюкова Д.О и носят рекомендательный характер.

Диссертационная работа Д.О.Стрюкова на тему **«Исследование процесса выращивания из расплава монокристаллических и эвтектических оксидных волокон»** является законченной научно-квалификационной работой в области физики кристаллизационных процессов, имеет очевидную научную новизну и практическую значимость, соответствует паспорту специальности «Физика конденсированного состояния» (1.3.8.) 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. Автор диссертации Д.О.Стрюков показал себя высококвалифицированным специалистом и безусловно заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8. «Физика конденсированного состояния»

Содержание автореферата и диссертации соответствуют друг другу.

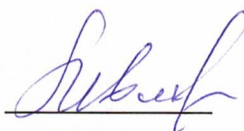
Официальный оппонент: доктор технических наук (05.27.06 – технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники), главный научный сотрудник отдела лазерных материалов и фотоники Научного центра лазерных материалов и технологий Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей физики им.А.М. Прохорова Российской академии наук

Ивлева Людмила Ивановна


«09» 03 2023 г.

Согласна на обработку персональных данных.

Ивлева Людмила Ивановна


«09» 03 2023 г.

Контактные данные:

тел.: +7 (495)5038777 (доб.288), e-mail: ivleva@lst.gpi.ru

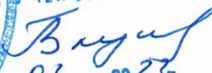
Адрес места работы:

119991,ГСП-1, г. Москва, ул.Вавилова 38, ИОФ РАН



ПОДПИСЬ ЗАВЕРЯЮ

ЧЕНОГО СЕКРЕТАРЯ


03 2023 г.

Ивлева Л.И.

ИОФ РАН
Глушков В.В.