

№ 609 ДГ
684

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу

ГНІЗДИЛА ОЛЕКСАНДРА МИКОЛАЙОВИЧА

*«ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ПРОЦЕСУ ПЛАЗМОВО-ІНДУКЦІЙНОГО
ВИРОЩУВАННЯ КРУПНИХ ПРОФІЛЬОВАНИХ МОНОКРИСТАЛІВ
ВОЛЬФРАМУ»*, представленої на здобуття наукового ступеня кандидата
технічних наук за спеціальністю

05.16.02 - «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів»

Дисертаційна робота О.М. Гніздила присвячена дослідженню теплофізичних і металургійних процесів, які відбуваються при вирощуванні супер великих пласких монокристалів вольфраму і на цій основі розробці технічних заходів інтенсифікації технологічного процесу. Враховуючи надзвичайну важливість використання вольфраму (особливо у вигляді монокристалів) в багатьох галузях техніки (від електроніки до ядерної енергетики) представлена дисертація є дуже важливою і актуальною.

Суть технології і можливості інтенсифікації забезпечуються наступними засобами впливу на процес вирощування монокристалічного вольфраму:

- використання двох джерел нагрівання – плазмо-дугового і індукційного;
- незалежне варіювання потужністю джерел нагрівання;
- керування швидкістю подачі витратного матеріалу у вигляді прутків;
- варіювання швидкістю переміщення плазмового джерела нагрівання;
- керуванням складом газової фази (плазмоутворюючого газу), використовуючи суміші з воднем;
- керування процесами нагрівання кристала, який росте и охолодження вже готового виробу.

В значній мірі автор дисертаційної роботи реалізував на практиці перераховані засоби впливу на інтенсифікацію процесу одержання надзвичайно великих монокристалів вольфраму, в чому і полягає сутність його дисертації.

Перш ніж аналізувати власне дисертацію, необхідно відзначити наступні

обставини:

- процес плазмо-індукційного вирощування монокристалів тугоплавких металів є результатом піонерської діяльності великої групи дослідників Інституту електрозварювання ім. Е.О. Патона НАН України, яка успішно продовжується в теперішній час і, хочеться сподіватись, буде набувати розвитку і не завершиться у далекому майбутньому. Для реалізації ідеї одержання великих монокристалів було розроблено оригінальне устаткування і засоби керування процесом росту, які раніше, в значній мірі, визначались майстерством оператора;
- аналізуючи список використаних літературних джерел, опонент звернув увагу, що в питаннях, які відносяться до технологічних моментів процесу переплаву, всі посилання носять замкнутий на себе характер, тобто на попередників і колег із власного Інституту;
- власне, процес вирощування монокристалів вольфраму дуже тривалий, енерговитратний, який достатньо важко репродукувати.

Перелічені обставини потребують шанобливого відношення до всіх результатів, одержаних автором дисертаційної роботи Олександром Миколайовичем Гніздилом. Така ситуація склалася виключно із-за оригінальності способу, який винайдений у Інституті електрозварювання, де набув певного розвитку та продовжує розвиватися.

Сама дисертація - об'ємна багаторічна праця, яка складається із вступу, чотирьох глав і висновків на 152 сторінках. Кількість публікацій, які передували написанню роботи, дуже переконлива - 23 статті, включаючи декілька у міжнародних авторитетних журналах. Крім того, опубліковано 6 тезисів доповідей і одержано два патенти України.

Основна суть дисертації представлена у 4-х розділах. Отже, **перший розділ** має назву «Монокристали вольфраму: застосування, властивості, умови вирощування» і присвячений детальному аналізу проблем вирощування великих монокристалів вольфраму, розуміння яких склалося до початку виконання дисертаційної роботи. Основний висновок автора полягає в тому, що в результаті розвитку технології росту монокристалів, були

зроблені значні теоретичні та експериментальні дослідження, це дозволило довести конструкцію устаткування та технологію до такого рівня, який надає можливість отримувати монокристали тугоплавких монокристалів з високими показниками якості та досконалості структури. Але, що стосується продуктивності та економічної ефективності, то ці показники знаходяться на низькому рівні, що обумовлено низькими швидкостями вирощування кристалів і як наслідок високою собівартістю таких матеріалів. Тому основним завданням все-таки автор вбачає інтенсифікацію технології. Проведений аналіз дозволив автору сформулювати ціль роботи і сформулювати конкретні задачі, рішення яких дасть можливість її досягнення.

У другому розділі «Устаткування, матеріали та методики досліджень» описано розроблене в ІЕЗ ім. Е.О.Патона НАН України унікальне технологічне обладнання для вирощування великих профільованих монокристалів вольфраму та оригінальні методики проведення експериментальних плавок на ньому:

- методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на структурну досконалість вирощуваних монокристалів, де описаний процес дослідження динамічної картини теплового поля на процеси, які протікають при формуванні структури монокристалів тугоплавких металів, що дозволило виявити вплив різного ступеня інтенсифікації процесу на структурні характеристики монокристалу;

- методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на геометричні параметри металеві ванни, де було приділено увагу формуванню профілю металеві ванни при технологічних параметрах які забезпечують інтенсифікацію процесу ПЗП та з метою підвищення економічної ефективності процесу було досліджено можливість заміни дорогого плазмоутворюючого газу гелію на значно дешевший водень;

- методика дослідження температурного поля плоских монокристалів вольфраму на фізичній моделі, де приділено увагу розробці експериментальної методики дослідження температурного поля монокристала в умовах, наближених до реальних, що дало можливість отримати натурні дані для подальшого порівняльного аналізу з даними математичної моделі;

- методи та апаратура фізико-хімічного аналізу, присвячено опису комплексу сучасних методів фізичного дослідження – мікрорентгеноспектральний аналіз, рентгенофлуоресцентний аналіз, газовий аналіз, металографічний і рентгеноструктурний аналізи, які були використані при дослідженні якості вихідних матеріалів, що дозволило практично визначити вплив технологічних параметрів, що забезпечують інтенсифікацію процесу при вирощуванні монокристалів з вольфраму на їхню структурну досконалість.

Також обґрунтована вимога до чистоти матеріалів, які використовуються при плавках, зокрема вольфрам повинен бути достатньо чистим - не менш ніж 99,95% мас. Показано, що геометричні параметри прутків вольфраму мають велике значення при формуванні структури монокристала і повинні бути у наступних межах: діаметр 5...8 мм, довжина 780...790 мм.

Крім того, в цьому розділі описано розроблену математичну модель, за допомогою якої було спочатку спрогнозовано, а потім підтверджено на практиці можливість інтенсифікації технології.

У третьому розділі «Дослідження впливу інтенсифікації процесу на умови формування монокристалів вольфраму» вивчено вплив інтенсифікації процесу на геометричні параметри локальної рідкої металевої ванни, що дозволило встановити характеристики геометричних параметрів рідкої металевої ванни від складу плазмоутворюючого газу з використанням двох- і трьохкомпонентних сумішей (Ar, Ar+He, Ar+H₂, Ar+He+H₂), швидкості руху фронту кристалізації, потужності плазмового та індукційного нагрівів. Практично обґрунтовано, що застосування трьохкомпонентної суміші Ar+30об.% He+10%об.%H₂ замість базової суміші (30 об.% Ar+70 об.% He), дозволяє зменшити витрати гелію більш ніж у 2 рази без погіршення формування профілю рідкої металевої ванни.

Проведення натурних досліджень теплового стану монокристала вольфраму дозволило встановити взаємозв'язок між технологічними параметрами та характеристиками температурного поля на модельному монокристалі вольфраму розмірами 20x90x160 мм.

На підставі отриманих натурних досліджень було виконано корекцію математичної моделі.

Уперше за допомогою математичної моделі отримані дані характеристик теплової картини монокристалу вольфраму при дослідженні інтенсифікації процесу плазово-індукційної технології вирощування монокристалів при базовому індукційному підігріві. Отримані дані дозволили зробити висновок, що підвищення інтенсифікації процесу призводить до підвищення температурного градієнту в області металевої ванни, що є негативним фактором для монокристалів, та було запропоновано зменшити температурні градієнти шляхом підвищення температури кристалу у верхній зоні, за рахунок збільшення потужності індукційного нагріву. Для отримання необхідних температур у верхній зоні кристалу було досліджено окремо вплив потужності індукційного джерела нагріву на характеристики теплового поля монокристала вольфраму. На завершальному етапі було отримано широкий ряд даних характеристик теплового поля, які ураховують зміну потужності, як індукційного джерела нагріву, що дозволяє проводити дослідження при забезпеченні температури площини нарощування 2273 К, 2773 К, 3273 К так і плазово-дугового при швидкостях 20, 80, 160, 320 мм/хв на динамічні характеристики теплового поля злитка. Після проведення уточнюючих розрахунків було встановлено, що можна отримати зростання інтенсифікації процесу в 3, 8 та 18 разів при швидкостях плазового джерела енергії 60 мм/хв (2273 К), 160 мм/хв (2773 К), 360 мм/хв (3273 К) мм/хв, відповідно, з забезпеченням характеристик теплового поля, наближених до базового рівня.

Справа в тому, що пошарове збільшення розмірів монокристалу, відбувається у результаті переміщення локальної ванни рідкого металу вздовж грані, яка наплавляється. При інтенсифікації процесу вирощування необхідно відтворення теплових умов, характерних для базової технології, у вигляді температурних градієнтів.

Обґрунтовано, що для одержання монокристалу з прийнятною якістю структури, необхідно значно не перевищувати градієнти температур на межі

переходу від рідкої фази до твердої.

Зокрема, встановлено, що при інтенсифікації процесу вирощування монокристалів вольфраму, незважаючи на необхідність збільшення потужності індукційного джерела енергії з метою підвищення статичної складової температурного поля злитка, зменшуються витрати електромагнітної енергії в наслідок зменшення часу вирощування кристалу, що становить при швидкостях плазмового джерела 60, 160, 360 мм/хв та відповідно при температурі площини нарощування 2273 К, 2773 К, 3273 К економію витрат електроенергії на індукційний нагрів, по відношенню до базової технології на рівні 45, 55 та 77 % відповідно.

У четвертому розділі «Плазмово-індукційна технологія зонної плавки з високими показниками інтенсифікації процесу» представлено технологію вирощування крупних плоских монокристалів вольфраму з високими показниками інтенсифікації процесу, описана підготовка установки до процесу отримання монокристалів вольфраму при інтенсифікації процесу, наведено визначені автором технологічні режими вирощування та запропонована технологія вирощування. Дуже цінним у роботі є те, що проаналізована структурна досконалість монокристалів вольфраму, отриманих за інтенсифікованою технологією.

У дисертаційній роботі «Інтенсифікація процесу плазмово-індукційного вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму» з дослідження впливу основних параметрів процесу на умови формування монокристалів вольфраму експериментально визначено температурне поле, яке утворюється у монокристалі вольфраму під впливом комбінованого плазмово-індукційного нагрівання, і на цій підставі скоректовано математичну модель. В практиці вирощування подібних кристалів такий експеримент автора разом із співробітниками відділу було реалізовано вперше. Одержані результати дали можливість суттєво зменшити теплові втрати під час росту кристалу, наблизити розподіл температурних градієнтів вздовж взаємно перпендикулярних напрямків кристалу, до прийнятних значень, що визначаються за базовою технологією. Це, в свою чергу, дозволило зменшити

термічні напруження в матеріалі і запобігти термічному руйнуванню монокристалу, що вирощується.

Дуже важливий результат не тільки розділу, а і всієї дисертаційної роботи пов'язаний з експериментальним дослідженням структури монокристалу при різних швидкостях нарощування шарів вольфраму. Показано, що структура одержаного монокристала достатньо досконала завдяки регулюванню теплових умов росту.

Підбиваючи підсумок аналізу дисертаційної роботи О.М. Гніздила слід констатувати, що задачі, поставлені автором, вирішені і ціль досягнута. Дисертація являє собою завершене дослідження, в якому розвинуті уявлення відносно особливостей структуро- й формоутворення крупних профільованих монокристалів вольфраму в умовах інтенсифікації плазмо - індукційного методу їх вирощування. Запропоновані нові технічні рішення наявних проблем не тільки підвищують ефективність процесу і забезпечують якість одержаних монокристалів, і в той же час знижують їх вартість.

Автореферат дисертації і опубліковані статті повністю відповідають суті дисертаційної роботи.

Незважаючи на значні успіхи, які автор продемонстрував при виконанні і написанні дисертації, деякі недоліки все ж присутні, а саме:

- в розділі 3.6 наводяться відносні витрати індукційного джерела (коефіцієнт сумарної потужності - K_p) при розрахункових швидкісних режимах, що складає 60, 160, 360 мм/хв, яким відповідає різна потужність індукційного джерела нагріву, що забезпечує температуру верхньої площини нарощування 2273, 2773, 3273 К, далі по тексту дисертації коефіцієнт K_p ні де не використовується. При чому в розділі 4.2 приводяться техніко-економічні показники процесу для наведених вище режимів, але при цьому коефіцієнт сумарної потужності – K_p не використовується, т.к. застосовуються інші формули. Тому приведені розрахунки в розділі 3.6 носять надлишковий характер і можуть бути вилучені без збитку для роботи.

- хоча робота сприймається легко, в тексті зустрічаються деякі стилістичні і граматичні помилки.

Крім того, хотілось би отримати від автора відповіді на наступні запитання:

- яка реакція провідних спеціалістів галузі вирощування монокристалів тугоплавких металів на одержані автором результати?

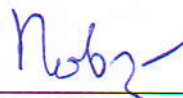
- чи є перспективи використання розроблених в дисертації технологічних рішень і засобів у промисловості України? Де і як?

Але в цілому дисертаційна робота О.М. Гніздила написана чітко і ясно, повністю відповідає вимогам МОН України і «Порядку присудження наукових ступенів», який затверджений постановою Кабінету Міністрів України №567, які пред'являються до дисертацій на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук (доктора філософії) по спеціальності 05.16.02 - «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів».

За значенням та рівнем одержаних результатів Олександр Миколайович Гніздило без сумніву заслуговує присудження йому наукового ступеня кандидата технічних наук, оскільки давно досягнув цього рівня і авторитета у наукових колах.

Офіційний опонент -

Член-кор. НАН України,
д.т.н., професор,
зав. відділом фазових перетворень
Інституту металофізики
ім. Г.В. Курдюмова НАН України



Ю.М. Коваль

Підпис Ковалю Ю.М. засвідчую:

Учений секретар
Інституту металофізики
ім. Г.В. Курдюмова НАН України
канд. фіз.-мат. наук



М.І. Савчук