

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Мамонтовой Екатерины Павловны «Исследование геометрических и физико-технологических факторов формирования многокомпонентных твердосмазочных покрытий TiN-Me магнетронным распылением», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность работы.

В диссертации представлено развитие перспективного направления – исследования и разработки многослойных композитных твердосмазочных покрытий (ТСП) для повышения технических и эксплуатационных характеристик изделий, работающих в экстремальных условиях: перепады температур, в вакууме и в атмосфере, при высокой температуре и т.д. В настоящее время перспективными для этих целей являются композиционные ТСП, состоящие из твердой матрицы и смазочного материала.

В качестве смазочного материала наиболее часто используется дисульфид молибдена (MoS_2) и материалы с низкой прочностью на сдвиг, такие как Pb, In, Cu, Ag и графит, а в качестве матриц – оксиды, нитриды и другие твердые материалы. Подобные ТСП хорошо себя показывают при создании и эксплуатации космической техники.

В промышленности для нанесения трибологических покрытий все более широкое применение находят различные варианты магнетронного распыления. Метод позволяет варьировать микроструктуру покрытий, изменять размер зерна, фазовый состав, кристаллографическую ориентацию, что создает механизм регулирования в широком диапазоне свойств покрытий. Постоянное совершенствование метода позволило расширить области его применения и дало возможность контролировать состав и «конструкцию» покрытий. Современные ТСП данного типа обладают низким коэффициентом трения ($\sim 0,01-0,1$), но при этом они имеют низкий ресурс.

Поэтому тема данной работы, посвященной исследованиям перспективных композитных ТСП безусловно актуальна.

Общая характеристика работы

Автор в работе представил аналитический обзор литературных источников по результатам исследований и разработки эффективных ТСП, в

котором рассмотрел основные характеристики и механизмы действия твердосмазочных материалов и покрытий различных составов, включая мягкие металлы и оксидные и нитридные материалы, а также рассмотрел методы и различные варианты геометрических условий нанесения покрытий.

На основе проведенного автором анализа обоснован выбор составов опытных композиционных ТСП системы «твердая матрица – мягкий металл», представлены методики и различные варианты магнетронных распылительных систем, использованных в работе для нанесения покрытий на плоских подложках из различных материалов, включая обычное и реактивное напыление. В работе использовали различные схемы процесса магнетронного (со)распыления мозаичной мишени Ti-Pb, а также отдельных моноэлементных катодов из Ti, Pb, Cu и In-Sn, различающихся числом и геометрией их установки. В качестве подложек использовали сталь AISI 304, а также титановый сплав ВТ6.

Применение различных схем напыления позволило контролировать влияние геометрических факторов на формирование покрытий TiN-Me (где Me - Pb, Cu и In-Sn). С другой стороны, контроль и управление условиями и параметрами процесса осаждения определяет влияние физико-технологических факторов на структуру и свойства покрытий.

Формирование сплавных композитных TiN-Pb покрытий со-распылением и ионно-ассистированное нанесение TiN-Pb покрытий проводилось на неподвижной подложке, а нанесение многослойных композитных TiN-Pb и TiNCu/In-Sn – на вращающейся подложке.

В работе проведен анализ массопереноса распыленных атомов Pb и Ti для различных схем напыления, показано существенное рассеяние распыленных атомов Ti на аргоне.

В работе установлено, что, варьируя геометрическими, а также энергетическими условиями напыления многокомпонентных покрытий, можно получать контролируемый фазовый состав, которому соответствует определенный набор свойств.

Наибольшая микротвердость по Виккерсу 919 HV50 получена для столбчатого покрытия TiN-Pb с наибольшей толщиной. В проведенных трибологических испытаниях наименьший коэффициент трения (~0.1) при 50000 циклов испытаний показан наноструктурным композитным покрытием

и который сохранялся равным 0,1 и при ступенчатом нагреве до 100 °С и 200 °С и выдержке 2 часа в печи при каждой температуре.

В диссертации приведены результаты исследования процесса формирования ТСП с помощью 3 отдельных магнетронов с катодами из Ti, Cu и In-Sn на вращающейся подложке многослойных наноструктурированных покрытий TiN-Cu/In-Sn, а также их структуры и трибологических характеристик. В покрытиях отсутствует ярко выраженная столбчатая структура, характерная для TiN: столбчатые кристаллиты имеют прерывистый характер, их толщина менее 100 нм. Показана важность направления вращения образцов относительно магнетронов на трибологические свойства покрытий системы TiN-Cu-In-Sn, так как от направления вращения подложки зависит последовательность нанесения слоев.

Трибологические испытания при комнатной температуре в режиме возвратно-поступательного износа показали наименьший коэффициент трения (~ 0.15) на покрытии TiN-Cu/In-Sn, а при нагреве покрытия TiN-In-Sn/Cu до 200 °С износостойкость покрытия выросла в 5 раз.

Научная новизна работы

1. Впервые показано, что геометрия процесса напыления влияет на фазовый состав магнетронных покрытий TiN-Pb.
2. Установлены режимы напыления покрытий, дающие спектр структурно-фазовых состояний, включающий столбчатые, столбчато-наноструктурные, бестекстурные и композитные наноструктурные покрытия TiN-Pb с различным содержанием (3 – 13%) Pb.
3. Установлена корреляция параметров процесса образования межкристаллитных пор при напылении покрытия TiN-Cu/In-Sn со скоростью вращения подложки.
4. Обнаружено значительное влияние направления вращения образцов относительно магнетронов на трибологические характеристики покрытий системы TiN-Cu/In-Sn. В частности, показано, что при испытаниях в режиме возвратно-поступательного износа наименьший коэффициент трения (~0,15) показали покрытия с последовательностью осаждения слоев TiN-Cu/In-Sn, сформированные при скорости вращения 2 об/мин.

5. Нагрев образца с последовательностью осаждения слоев TiN-In-Sn/Cu до 200 °С привел к повышению износостойкости покрытия в 5 раз по сравнению с показателями, полученными при испытании покрытия без нагрева.

Практическая значимость работы

1. Разработан способ получения твердосмазочных покрытий на основе магнетронного распыления мишеней Ti, Pb, Cu, In-Sn отдельных магнетронов.

2. Получено опытное экологичное (отсутствие свинца) твердосмазочное покрытие TiN-In-Sn/Cu с повышенной износостойкостью.

3. Разработана установка для проведения опытных работ по оптимизации состава и свойств многокомпонентных покрытий.

4. Результаты работы использованы при нанесении износостойких покрытий на режущий инструмент для применения в процессах изготовления вакуумного технологического оборудования в ООО «ИТЦ «Микрон».

Работа частично выполнялась в рамках темы гранта № 22-19-00754 Российского научного фонда, по которому соискатель являлся исполнителем.

Достоверность результатов и выводов.

Достоверность полученных результатов обеспечивается необходимым объемом экспериментальных исследований, применением комплекса современных методов исследования, использованием сертифицированного оборудования, воспроизводимостью результатов измерений.

По работе можно сделать следующие замечания:

1. На странице 86 диссертации написано «тот факт, что в покрытия № 1 обнаружена двухкомпонентная текстура нитрида $\{111\} + \{001\}$, а в покрытии № 2 однокомпонентная интенсивная текстура $\{111\}$, также можно использовать в практических целях, поскольку сильную однокомпонентную текстуру $\{111\}$ в ионно-вакуумных покрытиях обычно связывают с формированием столбчатой структуры, которая является оптимальной для обеспечения высокой износостойкости». В тоже время на странице 102 диссертации написано «в работе [156] показано, что

увеличение текстурного компонента (111) в покрытии TiN приводит к уменьшению износостойкости»

2. Рентгенограмма TiN-Pb покрытия 4, рис. 8 страница 15 автореферата, свидетельствует о бестекстурном состоянии, механизм формирования этого состояния? Рекристаллизация?
3. «Показатели твердости коррелируют со скоростью вращения и направлением вращения подложки при нанесении покрытий». Следовало подробней раскрыть механизм явления. - Стр. 121-122, 125.
4. Чем объясняется рост толщины покрытий с увеличением скорости вращения подложки? – табл. 13 стр. 122.
5. Отсутствуют данные по температуре образцов во время напыления и нет зависимостей ее от параметров напыления.

Сделанные замечания носят дискуссионный или уточняющий характер и не снижают научной и практической ценности и общей высокой оценки диссертационной работы.

В целом представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно - квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технические и технологические решения по управлению составом, структурой и трибологическими характеристиками твердосмазочных покрытий системы TiN-Me, где Me – мягкие металлы.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 12-ти Международных и Всероссийских конференциях, опубликованы в 22 печатных работах, в том числе в 4-х статьях в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК и 5-ти статьях, индексируемых в базе данных Scopus.

Автореферат и опубликованные работы полностью отражают основное содержание диссертации.

Результаты диссертационной работы могут быть использованы в аэрокосмической отрасли, энергетическом машиностроении и других отраслях промышленности.

По научному уровню, полученным результатам, содержанию и оформлению представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п.п.


9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Мамонтова Екатерина Павловна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Официальный оппонент,

Заведующий лабораторией физикохимии и технологии покрытий, д.т.н., г.н.с.

Калита Василий Иванович. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук. 119334, г. Москва, Ленинский проспект, д.49. Тел. (499)135-96-81, e-mail: vkalita@imet.ac.ru


Я, Калита Василий Иванович, даю согласие на обработку персональных данных. Докторскую диссертацию защищал по специальности 05.16.06. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

 Калита Василий Иванович

"20" ноября 2023 г.

Подпись В.И. Калиты заверяю, Ученый секретарь ИМЕТ РАН

к.т.н.

 Ольга Николаевна Фомина

"20" ноября 2023 г.

