

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу А.А. Лабутина «Разработка синтеза малогабаритных оболочечных конструкций из слоистого композита Nb/Mo с защитным покрытием на основе метода магнетронного распыления», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Актуальность работы.

В диссертации представлено развитие перспективного направления - применение слоистых металлокомпозитов (СМК) для повышения технических и эксплуатационных характеристик летательных аппаратов. В работе предложен и исследован новый метод создания малогабаритных оболочечных конструкций для космических аппаратов, в том числе композитных камер сгорания двигателей малой тяги с жаростойким защитным покрытием на их внутренней стенке.

Автор разработал метод формирования малогабаритных оболочечных конструкций из СМК с помощью напыления слоев системой инвертированных магнетронов. Этот метод позволяет создавать многослойные оболочечные конструкции с постоянным и переменным по длине изделия радиусом кривизны и используется автором при создании гибридной технологии изготовления оболочечных конструкций.

Поставленные в диссертации научные и практические задачи позволяют считать представленную работу, безусловно, актуальной.

Общая характеристика работы

Первая глава диссертации посвящена анализу литературных источников по теме работы. Показано, что тугоплавкие металлы и сплавы исчерпали свой ресурс для работы в экстремальных температурных условиях, и поэтому они применяются в диссертации только в качестве компонентов в составе СМК. Далее рассмотрены вакуумные методы нанесения слоев и покрытий в аспекте их применения для формирования СМК. Показано, что единственный реализованный к моменту начала этой работы вакуумно-дуговой метод формирования оболочечных конструкций из СМК имеет ряд существенных

недостатков, таких как крайне низкая производительность, низкий коэффициент использования катодов испарителей, значительные остаточные напряжения в оболочке и капли в напыленных слоях. Поэтому в работе для изготовления оболочечных конструкций предложен метод магнетронного распыления, в том числе в качестве базового при разработке гибридных технологий. В соответствии с изложенным были сформулированы цель и задачи работы.

Во второй главе выбраны материалы слоев СМК, оправки и покрытия, представлена методика изготовления СМК с защитным покрытием, представлены обоснование и выбор типа и схемы магнетронной распылительной системы, установка для напыления слоев, методы исследования химического и структурно-фазового состава СМК, а также методика испытания тонкостенной оболочечной конструкции. Для формирования композита системы металл-металл выбран металлокомпозит из пластичных слоев ниобия и более жаропрочных слоев молибдена – Nb/Mo. В работе представлена новая базовая методика синтеза тонкостенных жаропрочных оболочечных конструкций из СМК, изготавливаемая послойным напылением слоев чередующимися инвертированными магнетронами на оправку, имеющую форму поверхности, обратную по отношению к необходимой форме внутренней стенки оболочки. После напыления слоев оправка удаляется методом селективного химического травления. Для очистки поверхности оправки был выбран цилиндрический пост-катодный магнетрон. Для анализа слоев и покрытий оболочки применяли рентгеноструктурный анализ и комплекс исследований с помощью сканирующей электронной микроскопии и электронно – зондового микроанализа, оптическую микроскопию, бесконтактную профилометрию и измерение микротвердости. В связи напылением слоев с использованием новой схемы инвертированных магнетронов для определения оптимальных параметров нанесения покрытий из Nb и Mo, а также многослойных Nb/Mo конструкций применительно к разработке технологии получения тонкостенных жаростойких композитов, проводили

предварительные исследования по напылению при различном отрицательном напряжении смещения на подложке $U_{\text{п}}$ (0; -100 В; -200 В) и установили максимальные значения $U_{\text{п}}$ для напыления Nb и Mo.

В 3 главе представлены исследований влияния напряжения смещения $U_{\text{п}}$ на подложке на структуру, текстуру, остаточные напряжения, морфологию и толщину монослойных покрытий Mo и Nb на трубной оправке из М1. При напылении Mo с увеличением $U_{\text{п}}$ происходит немонотонный рост остаточных сжимающих напряжений, которые показывают корреляцию с текстурой покрытия. При $U_{\text{п}} = -150$ В происходит резкое изменение текстуры покрытий от (110) к (111), а при $U_{\text{п}} = -(250-275)$ В нарушается адгезионная связь Mo покрытия с подложкой. Увеличение $U_{\text{п}}$ приводит к трансформации структуры от столбчатой к более плотной структуре. Далее аналогичные исследования по влиянию $U_{\text{п}}$ на текстуру, остаточные напряжения, микроструктуру и морфологию проводили для покрытий Nb. По результатам исследований монослойных Mo и Nb покрытий для напыления слоев металлокомпозита Mo/Nb принято значение напряжения смещения подложки $U_{\text{п}} = -60$ В и -200 В для Mo и Nb, соответственно.

В главе 4 представлены результаты формирования и исследования СМК Nb/Mo. Первым слоем и последним слоем многослойного композита напыляли Nb, адгезия которого к меди выше, чем у Mo. Установлено, что текстура обоих слоев практически не отличается вследствие эпитаксиального зарождения слоев когда Mo слой наследовал ориентацию (111) предшествовавшего Nb слоя, что реализовывалось на всех 120 слоях напыленного композита. На основании измерений периодов решетки СМК Nb/Mo показано, что в результате технологических нагревов (400-500⁰С) процесс взаимной диффузии развивается незначительно, в Nb растворяется ~5 ат.% Mo, а Nb в Mo вообще не растворяется. В наружных слоях многослойного покрытия толщиной ~800 мкм остаточные напряжения характеризуются сравнительно невысокими величинами (-213 МПа).

Предложен механизм этого эффекта, который заключается в том, что чередование слоев тугоплавких металлов, отличающихся величинами ТКЛР, приводит к взаимной компенсации термической составляющей напряжений. Далее напылением была успешно изготовлена осесимметричная оболочечная конструкция с переменным радиусом кривизны по длине оболочки, после чего была разработана опытная технология изготовления макета камеры сгорания малогабаритных двигателей космических аппаратов из СМК Nb/Mo с защитным покрытием, сформированным силицированием. Изготовленный по этой технологии макет камеры сгорания из СМК Nb/Mo успешно прошел холодные испытания. В целом, на изготовление макетов неохлаждаемых камер сгорания малогабаритных двигателей КА методом напыления системой инвертированных магнетронов с равномерным защитным покрытием ушло 62 часа чистого времени, что более чем на порядок меньше, чем при вакуумно-дуговом напылении.

Новизна исследований.

Впервые автором разработана методика синтеза на основе напыления системой инвертированных магнетронов оболочечных конструкций сложного профиля из СМК и создана установка напыления для ее реализации.

Следует отметить новый подход при конструировании СМК, заключающийся в использовании материалов слоев с существенно отличающимися величинами ТКЛР, что приводит к взаимной компенсации термической составляющей остаточных напряжений

На основе проведенных в работе исследований разработана новая гибридная технология изготовления тонкостенной оболочечной конструкции с постоянным и переменным по длине изделия радиусом кривизны из СМК Nb/Mo с жаростойким силицидным покрытием на внутренней стенке.

Оценка практической значимости работы.

Для практики важно, что разработанный новый способ получения тонкостенных оболочечных конструкций из СКМ различного назначения напылением слоев системой инвертированных магнетронов имеет гораздо более высокую производительность, чем существующие методы.

Достоинством диссертации является разработка технологии изготовления магнетронным напылением макетов корпусов камер сгорания с малым диаметром критического сечения $\sim 2,5$ мм и в отсутствие капельной фазы в осажденных слоях.

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 установке напыления имеется многоканальный натекаТЕЛЬ (с. 44) для подачи рабочего или реакционного газа в рабочую камеру. Однако никаких сведений о работе разработанной системы инвертированных магнетронов в реакционном режиме не приводится.

2. На рис. 25 не указано к каким дифракционным линиям относятся кривые.

3. В тексте (с. 60) нет пояснения различия в поведении зависимостей от напряжения на рис. 25 полуширин дифракционных линий (222) и (321) при $U_{п} = (275-300)$ В.

4. По тексту с. 87: «На рис. 38б видно, что на шлифе можно обнаружить только границы Nb/Mo, но при этом отсутствуют границы Mo/Nb». Точнее было бы: «...слабо выражены границы Mo/Nb».

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

диссертационной работы. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 7 научно-технических конференциях, опубликованы в 12 печатных работах, в том числе в 4 статьях в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК, 4 статьи опубликованы в журналах, включенных в международные системы цитирования. Автореферат и опубликованные работы полностью отражают основное содержание диссертации.

В целом, диссертационная работа Лабутина А.А. полностью удовлетворяет требованиям пунктов 9 и 14 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Лабутин А.А. заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.5.6. «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

"07" марта 2023 г.

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

к.т.н.

 Ольга Николаевна Фомина

