

Отзыв официального оппонента на диссертационную работу ВИЛКОВА ФЕДОРА ЕВГЕНЬЕВИЧА «РАЗРАБОТКА КОМПОЗИТНОГО РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ ДЛЯ РАДИОЭЛЕКТРОННОЙ АППАРАТУРЫ КОСМИЧЕСКИХ АППАРАТОВ» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06. – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность темы исследования. Среди многочисленных факторов, влияющих на функционирование бортовой радиоэлектронной аппаратуры космических аппаратов, особое значение имеет дестабилизирующее воздействие ионизирующего излучения космического пространства. Поэтому, в настоящее время одной из наиболее актуальных проблем является необходимость защиты элементной базы от данного воздействия. Решение данной проблемы позволяет рассчитывать на увеличение функциональных возможностей радиоэлектронной аппаратуры, повышение ее надежности и срока активного существования до 15 лет и более, что является критической характеристикой современной космической техники.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, новизна и достоверность результатов. Достоверность полученных результатов обеспечивается необходимым объемом экспериментальных исследований с применением современных методов анализа и испытаний материалов, опытным внедрением в производство, а также публикациями в рецензируемых журналах.

Установлено влияние объемной степени наполнения φ порошками вольфрама W и гексагонального нитрида бора hBN композитного покрытия на его механические свойства. На основе фрактального анализа и механических испытаний композита показано, что наибольшие значения прочности композита достигаются при значениях φ , меньших максимально возможных для каждого вида используемых наполнителей.

Установлено влияние модификации неорганической матрицы на водостойкость композитного покрытия. Наиболее водостойкие соединения образуются при введении 10-15 % Na_2SiF_6 в вещество матрицы в присутствии: 2,5-2,7 масс порошка вольфрама от массы жидкого стекла и 0,8-1,0 масс нитрида бора от массы жидкого стекла.

Установлено влияние рентгеновского излучения на микроструктуру и микротвердость покрытия для поглощенной дозы 3 МГр. Установлено повышение микротвердости одновременно с увеличением поглощенной дозы вследствие приповерхностного радиационного упрочнения.

Экспериментально подтвержден эффект получения композитных систем с высокими эксплуатационными характеристиками из модифицированного силиката натрия с наполнителями из порошков вольфрама W и гексагонального нитрида бора hBN.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и списка цитированной литературы из 103 наименований. Работа изложена на 119 страницах, содержит 46 рисунков, 32 таблицы.

Во введении автор диссертации обосновывает цель работы, актуальность поставленных задач, формулирует метод их реализации.

В первой главе проведен анализ литературных данных о существующих радиационно-защитных материалах, определены их основные преимущества и недостатки. На основании анализа литературных источников, экономической целесообразности и технологичности синтеза радиационно-защитного материала покрытия на производстве были окончательно определены цель и задачи исследования.

Во второй главе представлены характеристики используемых в исследовательской работе материалов, приведены методики исследования, а также описаны использованные для их осуществления приборы и оборудование.

В третьей главе представлены результаты исследования физических механических характеристик исследуемых покрытий, показаны результаты исследований характеристик применяемых материалов, исследовано влияние рентгеновского излучения на микротвердость и микроструктуру покрытий.

В четвертой главе представлены исследования радиационно-защитных свойств разрабатываемого композита.

Всего по теме диссертации есть 10 публикациях, в том числе 3 статьи из списка ВАК. Результаты работы доложены на 11 международных и отечественных конференциях. Получен 1 патент на изобретение. В этих публикациях представлены все основные результаты, полученные в процессе выполнения диссертационной работе.

Замечания по диссертации и автореферату:

1. Рисунок 2. «Зависимость предела прочности при сжатии образцов из жидкого стекла при различном содержании наполнителей, где: 1- нитрида бора, 2 – порошок вольфрама». Размерность по оси абсцисс?
2. Слой с высоким атомным номером – 2,5-2,7 масс (это проценты?) порошка вольфрама от массы жидкого стекла; слой с низким атомным номером – 1,0 масс (это проценты?) нитрида бора от массы жидкого стекла.
3. «Как показало исследование, образцы без Na_2SiF_6 составов с W и начинали окрашивать воду в цвет». Что это значит?
4. «Установлено, что наиболее водостойкие соединения образуются введением 10-15 % Na_2SiF_6 в вещество матрицы в присутствии: 2,5-2,7 порошка вольфрама от массы жидкого стекла и 0,8-1,0 масс нитрида массы жидкого стекла». Это проценты?
5. Химический состав жидкого стекла, использованный в исследовании. Природа и прочность связи? Они могут влиять и на радиационное поглощение на границе матрицы с W и hBN, а, следовательно, на срок композиционного покрытия.

6. При введении полидисперсного порошка вольфрама в связующую матрицу, максимум прочности наблюдается при объемной степени (объемное содержание?) наполнения порядка $\varphi \leq 0,86$, что соответствует классической зависимости изменения механических свойств от количества объемной доли наполнения.

7. В выводе. 4. «Исследование структуры разрабатываемого композита показало отсутствие фазовых превращений между наполнителями и веществом связующей матрицы». Какие фазовые превращения могли произойти? Можно предположить изменение структуры границы раздела между ними?

8. При изготовлении покрытия удобно пользоваться мас.%, но при анализе механических свойств и видимо и радиационной стойкости, об% проценты необходимы.

9. Нужны механические свойства матрицы на сжатие, чтобы понять, на сколько упрочнили композиционное покрытие.

10. «Адгезионную прочность измеряли по стандартной методике ГОСТ 14759 [82] на разрывной машине ИР-5047-50-1» На защите показать схему нагружения, видимо речь идет об определении сдвиговой прочности?

11. 3.1. «Расчет объемной степени наполнения композита». Чем?

12. стр. 57, формулы 6 и 7. «Известно [83], что объемная степень наполнения композита выражается уравнением: $\varphi_i = \rho_k / \rho_i$ (6)

где ρ_k – плотность композита, ρ_i – насыпная плотность наполнителя».

Предполагаю, что такой расчет объемной доли матрицы и наполнителя неточный, поскольку будет иметь разброс при определении насыпной плотности наполнителя для порошка субмикронного размера. Насыпная плотность вводилась для агломерированных порошков, например, твердых сплавов, имеющих хорошую сыпучесть. Всегда делают так, задаются объемные доли, рассчитываются навески исходя из удельных весов матрицы и наполнителя. А конечные механические свойства определяются от объемной доли упрочняющей фазы. Иначе трудно сравнить влияние на

прочность жидкого стекла BN и W, удельный вес которых существенно отличается.

13. «Исследовав порошки методом БЭТ получали: $S_{уд}=1,44$ м²/г для W; $S_{уд} = 6,77$ м²/г для hBN. Для определения числа мест контакта N_u подставим в (9):

$$N_u(W) \sim 581,5; N_u(hBN) \sim 106,2».$$

Для себя я предварительно подсчитал. Предположил, что удельный вес BN равен 2,18 Г/см³. Удельный вес W равен 19,34 Г/см³. Найдем удельную поверхность порошков BN W с размерностью м²/см³. Для этого введем в знаменатель размерность м²/г объем занимаемый одним граммом BN или W используя их удельные веса. Получились следующие данные: для BN порошка 13,54 м²/см³, для W порошка 27,85 м²/см³. Для чего нужны полученные значения? Для прогнозирования формирования границы между матрицей и наполнителем. Пока не понятно, как эта граница организована. Есть ли на границе и в матрице поры? Можно было выполнить эксперимент по изготовлению такого покрытия следующим образом. На основании предварительных экспериментов установить оптимальную объемную долю вольфрама. На основании предварительных экспериментов установить усадку жидкого стекла при затвердевании. Затем сделать навески жидкого стекла и вольфрама и изготовить композит, определить его объем, массу и потом расчетным путем сделать расчеты, чтобы понять есть пористость в композите. Если есть, то удельный вес образца будет меньше расчетного вследствие наличия пористости».

14. «Таблица 11». Состав образцов для исследований прочности, надо привести и в объемных процентах.

15. Зависимость показывает (рис. 20) что наибольшие значения прочности лежат в пределах объемной степени наполнения: для слоя с вольфрамом: $0,52 \leq \varphi \leq 0,86$; для слоя с нитридом бора: $0,26 \leq \varphi \leq 0,33$.

Размерность по оси абсцисс? Надо пользоваться термином объемная доля, а не степень.

16. «Любое отклонение формы частиц от сферической должно снижать ϕ ». Видимо в случае плохого смачивания твердых частиц жидкой матричной фазой? Экструзия композита перед затвердеванием для формирования может улучшить физический контакт.

17. «Слой с высоким атомным номером – 2,5-2,7 масс порошка вольфрама от массы жидкого стекла; слой с низким атомным номером – 0,8-1,0 масс нитрида бора от массы жидкого стекла». Размерность?

18. «Подставив в уравнение (8) получали плотность: слой с нитридом бора $\rho = 1,8 \text{ г/см}^3$; слой с вольфрамом $\rho = 12,68 \text{ г/см}^3$ ». Плотность жидкого стекла после затвердевания нужна, чтобы разобраться с объемной долей матрицы и упрочняющих элементов и пористости. В композиционном покрытии может быть и третий компонент, пористость.

19. «Временное сопротивление 1,8465 МПа; (566 Н), рисунок 22». Эта величина называется сдвиговой прочностью, адгезия или когезия в зависимости от положения сечения разрушения.

20. «Рисунок 26». Лучше привести схему нагружения, поскольку фото не дает возможности понять, до испытаний или после сделан снимок. Было ли испытание сдвиговой прочности покрытия из жидкого стекла, без наполнителя?

21. «стр.71». Состав надо давать в об.%. И это надо сделать и в презентации на защите, чтобы было меньше вопросов на защите.

22. «стр.76». «Видно, что в массовом соотношении основную часть новообразования (71,84 %) составляет вольфрам, интуитивно можно предположить, что данные включения представляют собой агрегаты закапсулированных частиц наполнителя, не смоченных материалом связующей матрицы». По - хорошему надо было сделать модельные образцы: фольга вольфрама с разной химической обработкой и слой жидкого

стекла, чтобы найти максимальное смачивание и максимальную величину сдвиговой прочности между ними. На этой же стр. 76 хорошее предположение: «Если частицы наполнителя имеют недостаточную связь со связующей матрицей, то при небольших значениях приложенного напряжения они воспринимают и передают внешнюю нагрузку. После того, как усилие превысит остаточные сжимающие напряжения, поверхность связующего, расположенного по нормали к приложенной нагрузке, отделяется от поверхности наполнителя, и возникают так называемые псевдопоры (рис. 34), что может привести, при образовании большого их количества, к резкому снижению прочности». Характер связи между наполнителем и жидким стеклом надо на защите назвать. Граница раздела в композитах так же важна, как и влияние упрочняющих и матричные фаз.

23. стр. 77. «Одной, наиболее важной причиной образования закапсулированных агрегатов, является недостаточно хорошее смешение компонентов на этапе синтеза композита». Для этого можно перед отверждением делать экструзию композита для лучшей организации физического контакта, а для лучшего химического взаимодействия частицы вольфрама надо предварительно обрабатывать, например, окислять или подвергнуть более эффективной химической обработке.

24. стр. 84. «Таблица 16. Значения микротвердости HV образца до облучения». Что есть d_1 и d_2 и их размерность?

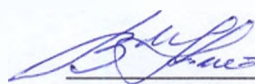
В диссертации не найдено ошибок, противоречащих выводам работы. Сделанные замечания по содержанию автореферата и диссертации не изменяют общей положительной оценки работы.

Общее заключение. Формулировки научной новизны, практической значимости и общих выводов достоверны, поскольку они опираются на экспериментальные результаты и их анализ на основе дополнительных вычислений. Следует особо отметить единство научной новизны и практической значимости работы, что встречается редко. Это заслуга

диссертанта, его научного руководителя и во многом определяется работой диссертанта в отраслевом институте, в котором требования практической реализации работы считаются обязательными.

Диссертационная работа ВИЛКОВА ФЕДОРА ЕВГЕНЬЕВИЧА на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне полностью отвечает требованиям п. II. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ в редакции от 21.04.2016, а ее автор, ВИЛКОВ ФЕДОР ЕВГЕНЬЕВИЧ, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

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 Докторскую диссертацию защищал по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».



Калита Василий Иванович

"10" декабря 2018 г.

Подпись В.И. Калиты заверяю,

Ученый секретарь ИМЕТРАН

к.т.н.



Ольга Николаевна Фомина