

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение
высшего образования
«Костромской государственный
университет»
(КГУ)

Дзержинского ул., д. 17/11, г. Кострома, 156005

Тел. (4942)31-48-14, факс (4942)31-70-08

E-mail: info@kstu.edu.ru.

03 НОЯ 2023 № _____

На № _____ от _____

«УТВЕРЖДАЮ»

и.о. проректора по научной
работе ФГБОУ ВО

«Костромской государственный
университет»



Буйкин С. В.

«__» _____ 2023г.

ОТЗЫВ

ведущей организации федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Костромской государственный университет» на диссертационную работу Иванова Николая Андреевича «Исследование и разработка многослойных композитных покрытий Ta/W, напыленных системой инвертированных магнетронов», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность работы.

Покрытия из тугоплавких материалов, прежде всего на основе W, являются перспективными для различных наукоемких областей применения, таких как термобарьерные покрытия для деталей авиационных двигателей, а также деталей будущих термоядерных реакторов, (например, ITER), которые будут подвергаться экстремальным тепловым нагрузкам и ионной бомбардировке. Однако необходимо повысить термомеханическую стабильность в отношении расслоения и механические характеристики этих покрытий. Добавление в W покрытие Ta представляет особый интерес, поскольку обеспечивает качественную связь покрытия с подложкой при большой разнице коэффициентов термического расширения. Широкий

спектр возможных применений Ta/W покрытий приводит к большому диапазону их толщин – от толстых до наноразмерных. При этом возможен различный дизайн указанных покрытий – от однокомпонентных монослойных до многослойных композитных.

Значительные перспективы существенного повышения механических характеристик имеют мультискалярные покрытия, представляющие собой композиционно-модулированные многослойные материалы, обычно состоящие из пакетов чередующихся нанослоев двух материалов и слоев микронного масштаба одного из этих же материалов.

Для нанесения мультискалярных TaW покрытий обычно используют импульсное лазерное осаждение, электро-осаждение и распыление планарными магнетронами постоянного тока. Для промышленности необходимо обеспечить нанесение с высокой скоростью покрытий на детали сложной формы. Данная задача может быть решена напылением покрытий инвертированными магнетронами. Исходя из вышеизложенного следует, что исследования и разработка многослойных композитных покрытий Ta/W, напыленных системой инвертированных магнетронов весьма актуальны.

Общая характеристика работы для исследований

Автором в работе представлен аналитический обзор литературных источников по влиянию различных факторов на формирование моно- и многослойных покрытий W, Ta и Ta-W на различные подложки. Особое внимание уделялось влиянию подложки и архитектуре покрытий, рассмотрены особенности напыления покрытий на подложки из меди, нержавеющей стали и кремния. Рассмотрены современные подходы к формированию многослойных композитных покрытий, в том числе мультискалярных микроламинатов, которые характеризуются наличием нескольких размерных шкал, когда упрочняющие слои микроламинатов разных компонентов чередуются с вязкими толстыми монослоями одного компонента.

В работе выбраны материалы слоев оправки и покрытия, представлены обоснование и выбор типа и схемы магнетронной распылительной системы, проведена модернизация установки для напыления слоев. Для формирования композитного покрытия системы металл-металл был выбран многослойный металлокомпозит Ta/W, с учетом того, что оба металла имеют одинаковую структуру с близкими параметрами решетки и коэффициентами теплового расширения. Представлена методика изготовления композитных Ta/W покрытий и

методы исследования химического и структурно-фазового состава и остаточных напряжений.

Большое внимание автором уделено определению оптимальных параметров нанесения на подложки из меди М-1 покрытий из Та и W применительно к разработке технологии получения композитных многослойных покрытий Та/W. С учетом результатов этих исследований были выбраны оптимальные параметры процесса формирования многослойных покрытий Та/W магнетронным распылением.

В работе исследовали влияние напряжения смещения на кристаллографическую текстуру, остаточные напряжения и микроструктуру монослойных покрытий Та и W. Было установлено, что в отсутствии напряжения на подложке текстура покрытия Та характеризуется преимущественным расположением плоскостей (321) и (110) параллельно подложке. С увеличением напряжения до -50 и -100 В текстура резко меняется и характеризуется ориентировками (112) и (111), а при более высоких значениях напряжения смещения, доминирует ориентировка (111). С увеличением напряжения на подложке выше -150 В увеличивается полуширина дифракционной линии (321), что свидетельствует об увеличении искажение кристаллической решетки покрытий, а также об измельчении субзеренной структуры.

Для W монослойного покрытия с увеличением напряжения смещения наблюдается тенденция снижения интенсивности текстуры (111), однако покрытие, нанесенное на подложку при -200 В, показало усиление текстуры (111) по сравнению с покрытием, нанесенным при -150В. С увеличением напряжения на подложке резко увеличивается ширина дифракционных линий, которая определяется искажениями кристаллической решетки и измельчением субзеренной структуры.

В работе представлены результаты исследования влияния напряжения смещения на формирование текстуры и остаточных напряжений в толстых четырехслойных покрытиях Та/W/Та/W. Каждый слой наносили в течение 2 ч, напыляя все образцы по 8 ч и получая общую толщину покрытий 198, 189, 167, 128 и 64 мкм при $U_n = 0, -50, -100, -150$ и -200 В соответственно. Слои чередовались в последовательности Та/W/Та/W. В отсутствие напряжения на подложке и напряжении -50 В доминирует текстура (111), а при -100 В текстура (111) усиливается настолько, что можно говорить о ее монокристалльном характере. Установлено, что величина остаточных сжимающих напряжений для четырехслойных покрытий увеличивается с

повышением напряжения на подложке. За счет этого повышается величина периода решетки.

В работе проведены исследования возможностей системы инвертированных магнетронов сформировать многослойные металлические мультискалярные микроламинаты Ta/W, показавшие ее перспективность. Были напылены слои Ta толщиной по 3,5 мкм, чередующиеся стеками из 29 слоев Ta/W толщиной каждый по ~20 нм. Всего эти циклы повторяли по 6 раз для каждого образца. Предполагаемая общая толщина всех слоев 22 мкм.

Установлено, что при $U_n = -200$ В микротвердость мультискалярных покрытий существенно выше микротвердости обычных многослойных покрытий, что отражает возможность успешного применения систем инвертированных магнетронов для формирования подобных мультискалярных композитных покрытий.

Научная новизна

Научная новизна диссертационной работы Иванова Н.А. заключается в разработке методик формирования многослойных покрытий системы Ta-W различного дизайна (с толстыми слоями и мультискалярных) с помощью напыления инвертированными магнетронами. При этом установлены закономерности текстурообразования в четырехслойном толстом Ta/W/Ta/W покрытии и обнаружено образование на плоской подложке псевдомонокристалльной (111) текстуры с шириной текстурного максимума 12° - 14° .

Показано, что наличие монокристалльной (111) текстуры Ta соответствует максимальной величине модуля Юнга и, соответственно, сил межатомной связи нормально плоскости покрытия, что предполагает в многослойных покрытиях с внешним Ta слоем высоких трибологических характеристик.

Впервые с помощью системы инвертированных магнетронов получено опытное мультискалярное многослойное покрытие Ta-Ta/W, исследована его текстура и обнаружены новые закономерности ее формирования при напылении на плоскую и цилиндрическую подложки.

Показано, что микротвердость мультискалярных покрытий, полученных с помощью системы инвертированных магнетронов, существенно выше микротвердости обычных аналогичных по составу многослойных покрытий.

Практическая значимость работы

Наиболее значимым для практики результатом работы является разработка толстого четырехслойного Ta/W-Ta/W покрытия и найдены технологические варианты получения покрытий с контролируемой кристаллографической ориентацией.

Следует отметить также методику применения систем инвертированных магнетронов для формирования мультискалярных многослойных композитных покрытий.

Разработано модернизированное оборудование для изготовления многослойных покрытий с помощью системы инвертированных магнетронов.

Результаты работы использованы на практике при нанесении защитных покрытий на оснастку сложной формы для изготовления высокотемпературных фильтроэлементов.

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

По работе можно сделать следующие замечания.

1. В работе отсутствуют объяснения различной текстуры одинаковых покрытий на плоской и цилиндрической подложках, напыленных при одинаковых режимах.

2. Слишком мелкие рисунки в случаях, когда они состоят из нескольких отдельных изображений – например рис. 11, 12, 13.

3. В главе 3 не указаны толщины монослойных покрытий Ta и W при разных значениях напряжения смещения.

4. Нет объяснения причины замены материала подложек – меди на сплав X20H80 при напылении мультискалярных покрытий – стр. 99.

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации.

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 синтезу системой инвертированных магнетронов многослойных композитных покрытий

различного дизайна с широким диапазоном толщин слоев и управлением их составом и структурой.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 6 научно-технических конференциях, опубликованы в 12 печатных работах, в том числе в 2 статьях в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК и 4 статьях, индексируемых в международной системе цитирования Scopus..

Результаты диссертационной работы могут быть использованы в авиакосмической отрасли, а также в других отраслях промышленности.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

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, Иванов Николай Андреевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Отзыв рассмотрен на заседании кафедры общей и теоретической физики, протокол № 4 от 02 ноября 2023 года. На заседании присутствовало 10 членов из 10. Результаты голосования: «за» 10, против – нет, воздержавшихся - нет.

Директор института физико-математических наук, доктор технических наук, доцент _____ Кусманов Сергей Александрович

Подпись руки _____
заверяю
Начальник канцелярии
Н.В. Кузнецова _____



Адрес организации: 156005, г. Кострома, ул. Дзержинского, д. 17/11

Наименование организации: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Костромской государственный университет»

Электронный адрес: info@kstu.edu.ru

Телефон: +7 (4942)31-48-14