

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу  
Савушкиной Светланы Вячеславовны «Механизмы формирования и свойства  
коррозионностойких и теплозащитных покрытий на основе оксидов  
циркония, гафния и алюминия, получаемых в плазменных процессах синтеза  
в вакууме и электролитах», представленную на соискание ученой степени  
доктора технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия  
и композиционные материалы»

### **Актуальность темы**

Оксиды циркония, гафния и алюминия являются технологически важными материалами в авиакосмической отрасли, атомной энергетике и находят применение в качестве коррозионностойких и износостойких слоев, верхних слоев теплозащитных покрытий. Широкое применение в теплозащитных покрытиях получила система  $ZrO_2-Y_2O_3$  благодаря таким свойствам, как высокая температура плавления, низкая теплопроводность, высокая химической стабильность. Формирование покрытия  $ZrO_2-Y_2O_3$  при плазменном электролитическом оксидировании циркониевых сплавов выглядит актуально с точки зрения увеличения термической стабильности, механической стойкости, коррозионной стойкости изделий из таких сплавов. Важным современным направлением является разработка методов защиты поверхности изделий из алюминиевых композиционных материалов, получаемых порошковой металлургией и методами аддитивных технологий, где оксид алюминия, особенно  $\alpha-Al_2O_3$ , выступает перспективным материалом для формирования твердых, износостойких и коррозионностойких покрытий. Форсирование режимов работы изделий авиационной и ракетной техники требует поиска подходов дальнейшего повышения рабочей температуры теплозащитного покрытия. Возможными решениями проблемы являются как применение в теплозащитных покрытиях системы  $HfO_2-Y_2O_3$ , что увеличит термическое сопротивление за счет более высоких температур плавления и фазовых переходов, так и использование комплексных оксидных систем, к примеру, высокоэнтропийных оксидов. Таким образом, тема диссертационной работы обладает несомненной актуальностью.

### **Общая характеристика работы**

В диссертации из семи глав и объемом 245 страниц проведен аналитический обзор различных высокотемпературных оксидных систем и методов получения покрытий. Проанализированы механизмы улучшения их функциональных характеристик на основе получения многослойной, композитной, градиентной и наноструктур. Описаны технологические

особенности режимов плазменного напыления и плазменного электролитического оксидирования для получения коррозионностойких и теплозащитных покрытий. Представлено описание методов оценки характеристик покрытий. Результаты экспериментальных исследований подробно изложены с представлением соответствующих иллюстраций в виде изображений структуры, спектров, графиков и таблиц. Критически проанализированы результаты исследований покрытий с различными типами структуры и состава, что позволило выявить режимы нанесения, приводящие к улучшению рабочих характеристик покрытий. Обсуждение результатов позволило сформулировать механизмы процессов формирования композитной, градиентной структуры, наноструктурирования покрытий из оксидов гафния, циркония и алюминия, что формирует целостную работу, формирующую основу для создания технологий нанесения коррозионностойких и теплозащитных покрытий на детали авиакосмической техники, атомной промышленности и машиностроения.

### **Научная новизна**

1. В процессе выполнения диссертационного исследования автором изучены механизмы инкорпорирования наночастиц и субмикронных частиц оксида иттрия из электролита при получении покрытия плазменным электролитическим оксидированием, что позволяет формировать твердый раствор  $ZrO_2-Y_2O_3$  в покрытии и стабилизировать тетрагональную и кубическую фазы, что является нетривиальной задачей и реализовано впервые.

2. Диссертантом исследованы структура и процесс роста коррозионностойких покрытий на композиционных материалах систем Al-Cu, Al-Zr, получаемых методами порошковой металлургии, и циркониево-ниобиевом сплаве. Результатом стало выявление таких важных закономерностей процесса, как наличие металлооксидных слоев, влияние медьсодержащих фаз, пор, замедляющих процесс роста покрытия, более позднее формирование  $\alpha-Al_2O_3$  при обработке спеченного алюминиевого материала; влияние ниобия на структурную неоднородность барьерного слоя и увеличение толщины покрытия, получаемого плазменным электролитическим оксидированием на циркониево-ниобиевом сплаве.

3. Разработан и теоретически обоснован процесс получения наноструктурных и градиентных покрытий из  $ZrO_2-Y_2O_3$  и  $HfO_2-Y_2O_3$  с использованием эффектов течения Прандтля-Майера при плазменном напылении, при этом, обнаружено формирование среднеэнтропийных областей  $ZrO_2-Y_2O_3-HfO_2$  в плазменном покрытии при напылении смесями порошков.

## **Теоретическая и практическая значимость**

Установленные в диссертационной работе закономерности расширяют представления о возможностях технологий плазменного напыления и плазменного электролитического оксидирования. Разработаны режимы формирования композитных теплозащитных покрытий для нанесения на тонкостенные элементы конструкций ракетно-космической техники из сплавов на основе меди и определены режимы плазменного электролитического оксидирования циркониевых сплавов и алюминиевых композиционных материалов. Полученные сведения могут служить основой при создании технологических процессов получения коррозионностойких и теплозащитных покрытий на изделиях авиакосмического назначения и атомной энергетики. Новизна технических решений, разработанных при участии автора, подтверждена патентами Российской Федерации. Научные результаты диссертационной работы учитываются при чтении нескольких спецкурсов в МАИ(НИУ).

## **Достоверность полученных результатов**

Основные выводы работы и защищаемые положения обоснованы применением независимых методов исследования, таких как растровая электронная микроскопия, рентгеновский микроанализ, спектрометрия ядерного обратного рассеяния, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, рентгеновский фазовый анализ, потенциостатический метод и многих других, и корректным применением физических моделей изучаемых процессов. Следует отметить адекватность методов исследования получаемых покрытий условиям и особенностям эксплуатации. Представленные автором материалы представляют собой достаточный массив экспериментальных данных, достоверность которых подтверждается согласием с результатами, опубликованными другими учеными и полученными при сопоставимых условиях.

## **Замечания по диссертационной работе**

1. В главе 2 приводится описание режима наложения дополнительных импульсов напряжения на базовые при плазменном электролитическом оксидировании. В тексте указано, что дополнительные импульсы напряжения подключали, когда напряжение между образцом и ванной достигало заданного значения. На рис. 2.1 представлен силовой преобразователь как блок в функциональной схеме. Если его схемотехника не является объектом ноу-хау, для понимания механизма воздействия дополнительных импульсов на процесс формирования ПЭО покрытия

следовало бы привести схему силовой части технологического источника тока.

2. В главе 4 не достаточно подробно обоснован выбор силикатно-гипофосфитного электролита в качестве базового электролита-суспензии для формирования ПЭО покрытий на цирконии с добавками мелкодисперсных частиц.

3. При исследовании коррозионных характеристик по поляризационным кривым в методике исследования давали выдержку в 5 минут для установления стационарного электродного потенциала перед потенциодинамическими исследованиями. Не ясен выбор данного интервала и не приведены доказательства установления электродного потенциала за 5 минут. Другими исследователями используется бóльшая длительность, вплоть до 30-60 минут.

4. Покрытия, полученные на циркониевом сплаве, демонстрируют существенное снижение токов коррозии. Однако, потенциал коррозии сдвигается в область отрицательных потенциалов по сравнению с подложкой, которая имеет более благородный потенциал согласно рис. 4.17а. Поэтому говорить о том, что металл с покрытием находится в глубоком пассивном состоянии надо с бóльшей осторожностью.

5. Имеются недостатки оформления. На рис. 4, 14 и 18 автореферата следовало бы привести разбросы экспериментальных точек. На спектре ядерного обратного рассеяния на рис. 2.13 диссертации отсутствуют обозначения принадлежности пиков. Табл. 5.1 диссертации следовало бы представить в пределах одной страницы без переноса, а также подписи к рис. 5.7 и 5.9. На рис. 4.18 и 4.19 не отчетливо видны численные обозначения на осях координат. На рис. 3.14, 4.10 имеются периодические линии в рентгеновском спектре; по-видимому, это особенность представления шкалы  $2\theta$ , что затрудняет анализ рентгенограммы. В главах 4 и 5 поляризационные кривые представлены не единообразно – в главе 4 ось токов расположена по оси абсцисс, а в главе 5 – по оси ординат. Подрисуночные подписи и заголовки таблиц в тексте диссертации не содержат указания обрабатываемой подложки, что затрудняет сравнительный анализ результатов между главами.

Сделанные замечания не снижают общей высокой оценки данной работы, выполненной на высоком научно-методическом уровне.

### **Заключение**

Диссертационная работа Савушкиной С.В. «Механизмы формирования и свойства коррозионностойких и теплозащитных покрытий на основе оксидов циркония, гафния и алюминия, получаемых в плазменных процессах синтеза в вакууме и электролитах» представляет собой законченную научно-

квалификационную работу, в которой на основе выполненных автором исследований получены новые научно-обоснованные технические и технологические решения по режимам плазменного электролитического оксидирования и плазменного напыления для создания коррозионностойких и теплозащитных покрытий на сплавах циркония и спеченных композитах на основе алюминия, получаемых методами порошковой металлургии. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на российских и международных научно-технических конференциях, опубликованы в 97 печатных работах, в том числе в 33 публикациях в рецензируемых научных изданиях, входящих в перечень ВАК и индексируемых в Web of Science и Scopus, а также 7 патентах Российской Федерации на изобретение.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

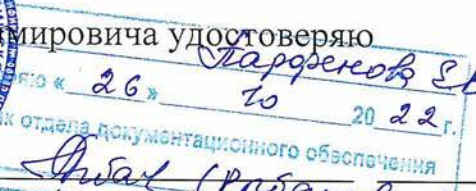
По научному уровню, полученным результатам, содержанию и оформлению представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а соискатель является сложившимся научным исследователем и заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.5. «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Официальный оппонент  
доктор технических наук, доцент,  
заведующий кафедрой  
материаловедения и физики  
металлов ФГБОУ ВО «Уфимский  
государственный авиационный  
технический университет»

Парфенов  
Евгений  
Владимирович

26.10.2022

Подпись Парфенова Евгения Владимировича удостоверяю



(должность)

(подпись)

(Ф.И.О.)

М.П.

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»  
450008, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. К. Маркса, д. 12  
Электронный адрес: [evparfenov@mail.ru](mailto:evparfenov@mail.ru)  
Телефон: + 7 (917) 406-22-50