

УТВЕРЖДАЮ
Директор ИСЭ СО РАН

Н. Ратахин

чл.-корр. РАН Н.А. Ратахин

« 15 » июня 2016 г.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук
(ИСЭ СО РАН)

Диссертация «Генерация газометаллической плазмы в дуговых разрядах низкого давления для синтеза многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий» выполнена в лаборатории плазменной эмиссионной электроники (ЛПЭЭ) ИСЭ СО РАН.

В период подготовки диссертации соискатель Крысина Ольга Васильевна работала в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, в лаборатории плазменной эмиссионной электроники, в должности младшего научного сотрудника.

В 2005 г. Крысина О.В. окончила Томский государственный университет по специальности физика (специализация физика плазмы) с присуждением степени магистра физики по направлению «Физика».

Справка о сдаче кандидатских экзаменов выдана в 2016 г. в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук.

Научный руководитель – Коваль Николай Николаевич, заместитель директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий лабораторией плазменной эмиссионной электроники.

По итогам обсуждения диссертационной работы принято следующее заключение:

Оценка выполненной соискателем работы.

Диссертационная работа О.В. Крысиной является законченной научно-исследовательской работой, в которой изложены результаты исследований процесса генерации газометаллической плазмы при вакуумно-дуговом испарении композиционных катодов для нанесения многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий, и результаты исследования влияния плазменного ассистирования на свойства нитридных покрытий, синтезируемых вакуумно-дуговым методом. Диссертантом показано, что процесс генерации плазмы при испарении спеченных композиционных Ti–Cu катодов с концентрацией меди до 12 ат.% и катода из технически чистого титана BT1-0 проходит при близких характеристиках катодного пятна, что позволяет при одинаковых режимах вакуумно-дугового осаждения реализовывать в электродуговом испарителе с композиционным катодом эксплуатационные параметры, близкие к испарителю с титановым катодом, но при этом синтезировать нанокристаллические сверхтвердые покрытия. В работе на основе экспериментальных результатов доказано положительное влияние плазменного ассистирования на характеристики нитридных покрытий, осажденных при одновременной работе

электродугового испарителя и источника газовой плазмы с накаленным и полым катодом. Результаты исследований позволили разработать способ вакуумно-дугового плазменно-ассистированного синтеза нанокристаллических сверхтвердых покрытий, характеризующихся высокой износостойкостью, низким коэффициентом трения, хорошей термической стабильностью, повышенной стойкостью к окислению, высокой адгезионной прочностью к металлическим и твердосплавным подложкам. Выполненные исследования имеют научную новизну и практическую значимость.

Актуальность темы и направленность исследования.

Многокомпонентные нитридные покрытия на основе нитрида титана, в состав которых входят различные элементы (Cu, Al, Si и др.), являются хорошей и перспективной альтернативой широко применяемым традиционным TiN покрытиям. Они обладают нанокристаллической структурой, высокими физико-механическими характеристиками и могут использоваться в качестве защитных покрытий на режущем инструменте, деталях, узлах и агрегатах технологического оборудования и изделий машиностроения. Рассматриваемый в диссертационной работе метод вакуумно-дугового плазменно-ассистированного осаждения при испарении спеченных композиционных катодов на основе титана с различной концентрацией меди позволяет синтезировать Ti–Cu–N покрытия с рекордными значениями характеристик. Применение источника газовой плазмы на основе несамостоятельного дугового разряда с накаленным и полым катодами за счет изменения доли ионов азота в газометаллической плазме позволяет улучшить свойства нитридных покрытий. В соответствие с вышеизложенным, тематика исследований диссертационной работы О.В. Крысиной, направленная на проведение комплексных исследований генерации газометаллической плазмы в дуговых разрядах низкого давления для осаждения сверхтвердых покрытий с нанокристаллической структурой и высокими физико-механическими характеристиками, разработка процессов вакуумно-дугового плазменно-ассистированного нанесения многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий и выявление влияния режимов плазменного ассистирования на свойства синтезированных нитридных покрытий, является, безусловно, актуальной.

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации.

Все результаты, составляющие научную новизну диссертации и выносимые на защиту, получены автором лично либо при его непосредственном участии. Соавторы, принимавшие участие в работе, указаны в списке основных публикаций по теме диссертации. Постановка цели и задач исследований осуществлялась автором совместно с научным руководителем. Личный вклад автора состоит в выборе методик эксперимента [1–2, 4, 8–9, 11–13, 17], проведении исследований катодных пятен на композиционных Ti–Cu катодах [4, 9], измерении параметров газометаллической плазмы дуговых разрядов при испарении одно- и двухэлементных катодов, исследовании их служебно-технических характеристик и анализе полученных результатов [10–14], исследовании влияния плазменного ассистирования на характеристики нитридных покрытий, осажденных при одновременной работе электродугового испарителя и источника газовой плазмы «ПИНК» с комбинированным накаленным и полым катодом [10–14], разработке способа вакуумно-дугового плазменно-ассистированного синтеза нитридных защитных покрытий с нанокристаллической структурой и улучшенными свойствами и анализе их физико-механических характеристик, структурно-фазового состояния, элементного состава [1–3, 5–8, 11–17]. Автором самостоятельно выдвинуты защищаемые научные положения, сделаны выводы и даны рекомендации по использованию результатов исследования генерации газометаллической плазмы при испарении композиционных катодов и нанесению многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий.

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы обеспечиваются систематическим характером исследований, использованием независимых дублирующих экспериментальных методик, сопоставлением результатов экспериментов с результатами

других исследователей, работающих как в России, так и за рубежом, практической реализацией научных положений и выводов.

Новизна результатов проведенных исследований.

1. Обоснована целесообразность использования спеченных Ti–Cu материалов с концентрацией меди до 12 ат.% в качестве катодов для напыления нанокристаллических сверхтвердых нитридных покрытий на основе результатов по исследованию генерации плазмы вакуумной дугой, характеристик катодных пятен и эксплуатационно-технических параметров Ti–Cu катодов по сравнению с катодом из технически чистого титана.
2. Выявлено влияние плазменного ассистирования на синтез и характеристики нитридных покрытий из газометаллической плазмы, генерируемой самостоятельным дуговым разрядом с катодным пятном и несамостоятельным дуговым разрядом с комбинированным накаленным и полым катодом.
3. Установлены особенности формирования многокомпонентных покрытий на основе TiN при добавлении в их состав меди и разработан способ вакуумно-дугового плазменно-ассистированного осаждения Ti–Cu–N покрытий, обладающих нанокристаллической структурой, сверхтвердостью и высокими защитными свойствами.
4. Проведены комплексные и систематические исследования структурно-фазового и элементного состава Ti–Cu–N покрытий, наносимых вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом, выполнен анализ их физико-механических, трибологических и эксплуатационных свойств, термической стабильности и стойкости к окислению.

Практическая значимость диссертации и использование полученных результатов.

1. На основе результатов по исследованию процессов генерации газометаллической плазмы при вакуумно-дуговом испарении композиционных катодов с концентрацией меди до 12 ат.% реализован оптимальный способ вакуумно-дугового плазменно-ассистированного осаждения многокомпонентных нанокристаллических Ti–Cu–N покрытий, отличающихся сверхтвердостью, высокой степенью упругого восстановления, низким коэффициентом трения, высокой износостойкостью, высокой адгезионной прочностью к металлической и твердосплавной подложке, хорошей термической стабильностью, увеличенной стойкостью к окислению, которые нашли применение в промышленности.
2. Полученные в диссертации результаты могут быть использованы для разработки и оптимизации режимов нанесения многокомпонентных нанокристаллических покрытий с высокими эксплуатационными характеристиками для использования в современной промышленности, в том числе и для аддитивных технологий.

Ценность научных работ соискателя, полнота изложения материалов диссертации в опубликованных работах.

Основные материалы диссертационной работы опубликованы в 32 работах, из которых 17 статей в научных журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией при Министерстве образования и науки Российской Федерации для опубликования основных научных результатов диссертаций, 1 коллективной монографии, 1 главе в монографии, а также в 13 полных текстов докладов в трудах международных и всероссийских конференций, симпозиумов и совещаний. В опубликованных работах достаточно полно отражены материалы диссертационных исследований.

Статьи в научных журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией при Министерстве образования и науки Российской Федерации для опубликования основных научных результатов диссертаций:

1. Крысиная, О.В. Нанокристаллические TiN покрытия, полученные в плазме дуговых разрядов низкого давления: синтез и характеристики / О.В. Крысиная, И.В. Лопатин // Изв. вузов. Физика. – 2006. – № 3. – Приложение. – С. 40-41.

2. Gurskikh, A.V. The effect of copper content in sputtered powder cathodes on the characteristics of vacuum arc nanostructured coatings / A.V. Gurskikh, V.V. Korjova, E.N. Korosteleva, G.A. Pribytkov, I.M. Goncharenko, Yu.A. Kolubaeva, K.A. Koshkin, N.N. Koval, O.V. Krysina // Изв. вузов. Физика. – 2006. – №8. Приложение. – Р. 400–403.
3. Коваль, Н.Н. Структура и свойства нанокристаллических покрытий Ti-Si-N, синтезированных в вакууме электродуговым методом / Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, И.М. Гончаренко, О.В. Крысина, Ю.А. Колубаева, К.А. Кошкин // Изв. вузов. Физика. – 2007. – №2. – С. 46-51.
4. Goncharenko, I.M. The process investigation of cathode spot evolution on composite electrodes / I.M. Goncharenko, O.V. Krysina, K.A. Koshkin, N.V. Landl, O.B. Frants, I.A. Shemyakin // Изв. вузов. Физика. – 2007. – № 9. Приложение. – С. 167-170.
5. Иванов, Ю.Ф. Исследование влияния примесей на синтез нанокристаллических слоев нитрида титана из плазмы электродугового разряда / Ю.Ф. Иванов, Н.Н. Коваль, О.В. Крысина, Т. Баумбах, С. Дойль, Т. Слободский, Н.А. Тимченко, Р.М. Галимов, И.П. Чернов, А.Н. Шмаков // Изв. вузов. Физика. – 2010. – № 3/2. – С. 119-124.
6. Коваль, Н.Н. Нанокристаллические покрытия, получаемые вакуумно-дуговым методом с плазменным ассистированием: синтез, структура, характеристики / Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, О.В. Крысина, В.С. Ложкин, А.Ю. Чумаченко // Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты. – 2011. – №3. – С. 77-80.
7. Ivanov, Yu.F. Superhard nanocrystalline Ti–Cu–N coatings deposited by vacuum arc evaporation of a sintered cathode / Yu.F. Ivanov, N.N. Koval, O.V. Krysina, T. Baumbach, S. Doyle, T. Slobodsky, N.A. Timchenko, R.M. Galimov, A.N. Shmakov // Surface and Coatings Technology. – 2012. – V. 207. – P. 430–434.
8. Krysina, O.V. Thermal stability of nanocrystalline ternary system coatings based on TiN / O.V. Krysina, Yu.F. Ivanov, N.N. Koval, S. Doyle, T. Baumbach, N.A. Timchenko, R.M. Galimov // Изв. вузов. Физика. – 2012. – № 12/2. – С. 179-183.
9. Krysina, O.V. Evaporation of sintered cathodes in low-pressure arc discharges for nanocrystalline coatings synthesis: erosion and cathode spot characteristics / O.V. Krysina, I.M. Goncharenko, K.A. Koshkin, M.I. Lobach, O.B. Frants, N.V. Landl // High Temperature Material Processes. – 2013. – V. 17(2–3). – P. 145–152.
10. Коваль, Н.Н. Генерация низкотемпературной газоразрядной плазмы в больших вакуумных объемах для плазмохимических процессов / Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, И.В. Лопатин, Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Шугуров, О.В. Крысина, В.В. Денисов // Российский химический журнал. – 2013. – Т. LVII. – № 3-4. – С. 121-133.
11. Крысина, О.В. Исследование металлической и газовой плазмы дуговых разрядов низкого давления / О.В. Крысина, И.В. Лопатин, Н.Н. Коваль, С.С. Ковальский // Изв. вузов. Физика. – 2014. – №3/2. – С. 146-149.
12. Крысина, О.В. Влияние режимов горения дугового разряда низкого давления и генерируемой им газоразрядной плазмы на травление поверхности материалов / О.В. Крысина, И.В. Лопатин, Н.Н. Коваль, С.С. Ковальский, Е.А. Петрикова // Изв. вузов. Физика. – 2014. – №3/3. – С. 176-179.
13. Крысина, О.В. Генерация низкотемпературной плазмы дуговых разрядов низкого давления для синтеза износостойких нитридных покрытий / О.В. Крысина, Н.Н. Коваль, И.В. Лопатин, В.В. Шугуров // Изв. вузов. Физика. – 2014. – 11/3. – С. 88-92.
14. Krysina, O.V. Generation of low-temperature plasma by low-pressure arcs for synthesis of nitride coatings / O.V. Krysina, N.N. Koval, I.V. Lopatin, V.V. Shugurov, S.S. Kovalsky // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 669. – P. 012032.
15. Krysina, O.V. Structure of the local environment of titanium atoms in multicomponent nitride coatings produced by plasma-ion techniques / O.V. Krysina, N.A. Timchenko, N.N. Koval, Ya.V. Zubavichus // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 669. – P. 012060.
16. Тимченко, Н.А. Локальная структура покрытий на основе нитрида титана / Н.А. Тимченко, Я.В. Зубавичус, О.В. Крысина, С.И. Кузнецов, М.С. Сыртанов, С.В. Бондаренко //

Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016. – № 4. – С. 65-68.

17. Krysina, O.V. In situ X-ray diffraction investigation of nitride coatings at high-temperature oxidation / O.V. Krysina, N.N. Koval, A.N. Shmakov, Z.S. Vinokurov // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 669. – P. 012034.

Соответствие содержания диссертации избранной специальности.

Материалы диссертационной работы соответствуют специальности 01.04.04 – физическая электроника.

Диссертационная работа Крысиной Ольги Васильевны «Генерация газометаллической плазмы в дуговых разрядах низкого давления для синтеза многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий» является законченным трудом, представляет собой научно-квалификационную работу, в которой содержится решение задач, имеющих значение для развития соответствующей отрасли знаний, отвечает критериям, установленным "Положением о порядке присуждения ученых степеней" № 842 п. 9 от 24 сентября 2013 г., рекомендуется к защите в совете на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 01.04.04 – физическая электроника.

Заключение принято на расширенном заседании лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН.

Присутствовало на заседании с правом голосования 14 человек. Результаты голосования: за — 14, против — нет, воздержавшихся — нет, протокол № 5 от 30 мая 2016 г.



Иванов Юрий Федорович
д.ф-м.н., доцент,
ведущий научный сотрудник ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН