

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Синецына Дмитрия Юрьевича на тему: «Оптимизация составов жаростойких покрытий систем $\text{MoSi}_2\text{--ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ и $\text{ZrB}_2\text{--MoSi}_2\text{--SiC}$ на углеродных материалах для работы в условиях сверхвысоких температур», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы» и состоявшейся в НИТУ МИСИС 27 сентября 2023 года.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ МИСИС 27 июня 2023 года, протокол №12.

Диссертация выполнена на кафедре высокотемпературных материалов и функциональных наносистем (ФНСиВТМ) НИТУ МИСИС. Научный руководитель – Аникин Вячеслав Николаевич, кандидат технических наук, доцент, ведущий эксперт кафедры высокотемпературных материалов и функциональных наносистем (ФНСиВТМ) НИТУ МИСИС.

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ МИСИС (протокол № 12 от 27.06.2023) в составе:

1. Левашов Евгений Александрович, доктор технических наук, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМиФП), директор Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН (НУЦ СВС), НИТУ МИСИС - председатель комиссии;

2. Петржик Михаил Иванович, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории «In situ диагностика структурных превращений» НУЦ СВС, профессор кафедры ПМиФП, НИТУ МИСИС;

3. Кирюханцев-Корнеев Ф.В. доктор технических наук, заведующий лабораторией «In situ диагностика структурных превращений» НУЦ СВС, доцент кафедры ПМиФП, НИТУ МИСИС;

4. Шляпин Сергей Дмитриевич, доктор технических наук, профессор кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов», «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»;

5. Курганова Юлия Анатольевна, доктор технических наук, профессор кафедры «Материаловедение», «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (Национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э. Баумана).

В качестве ведущей организации утверждено федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН).

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана новая научная идея о возможности защиты от окисления углерод-углеродных композиционных материалов (УМ) при их эксплуатации в высокотемпературных газовых потоках путем оптимизации состава формирующихся покрытий на основе систем $\text{MoSi}_2\text{--ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ и $\text{ZrB}_2\text{--MoSi}_2\text{--SiC}$, позволяющая выявить новые закономерности влияния состава компонентов на физико-механические свойства УУКМ и структурообразование в условиях их окисления;

разработана новая экспериментальная методика оценки характера высокотемпературного разрушения УМ с покрытием $\text{MoSi}_2\text{--ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ при 1800 °С при изгибе на аппарате горячего прессования;

на основании анализа результатов рентгеноструктурного фазового анализа стекловидной плёнки, образующейся в процессе высокотемпературного окисления покрытия на основе системы 90% $\text{MoSi}_2\text{--ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ **доказано наличие** помимо SiO_2 ортосиликата циркония ZrSiO_4 , что повышает ее вязкость и обеспечивает удержание расплава при воздействии газового потока при температуре выше 2000 °С.

На базе известного метода конечных элементов **разработана математическая модель** напряженно-деформированного состояния углеродного материала с покрытиями на основе системы $\text{ZrB}_2\text{--MoSi}_2\text{--SiC}$ в интервале соотношений $\text{MoSi}_2/\text{ZrB}_2 = 0 - 1$, позволяющая на основе определения структурных изменений при варьировании параметров нагружения рассчитать прочность композиционного материала, спрогнозировать наиболее напряженные фазы, влияние карбида кремния на структуру, физико-механические свойства, распределение напряжений в углеродном материале заранее устанавливать режимы формирования покрытий с заданными функциональными свойствами;

доказана перспективность практического использования покрытий систем $\text{MoSi}_2\text{--ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ (Протокол от 25.11.2016 № 064-16, № 065-16, ООО «ТСЗП») и $\text{ZrB}_2\text{--MoSi}_2\text{--SiC}$ (Протокол от 01.02.2023 № 23-01ГР, ИПМех РАН) для создания материалов, работающих в высокоскоростных газовых потоках при температуре выше 2000 °С.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны положения о том, что в процессе формирования покрытий на основе системы $ZrB_2 - MoSi_2 - SiC$ с различным соотношением $MoSi_2/ZrB_2$ методом горячего прессования и последующего жидкофазного силицирования с ростом доли $MoSi_2$ происходит снижение пористости покрытий с 23 до 10 %, что ухудшает их насыщение расплавом кремния в процессе жидкофазной пропитки и не приводит к образованию каркаса из реакционно-связанного карбида кремния, который существенно повышает прочность на изгиб, твёрдость и теплопроводность УМ;

изложены факты влияния содержания дисилицида молибдена в покрытиях системы $MoSi_2 - ZrO_2 - Y_2O_3$ с 80 % (ZM20) и 90 % (ZM10) $MoSi_2$ на состав и структуру окисленного слоя после испытаний на кратковременную окислительную стойкость в газопламенном и плазменном потоке высокоскоростного напыления при 2100°C в зависимости от угла атаки набегающего потока в интервале от 30° до 90°. Дефекты на поверхности покрытия (ZM10) отсутствуют вплоть до угла воздействия 90°, что обусловлено формированием сплошной плёнки оксида кремния с ортосиликатом циркония, которая снижает потери массы: изменение массы при 2100°C для ZM10 составили 0,077 %, а ZM20 – 0,097 %;

выявлены причинно-следственные связи между элементным, фазовым составами, структурой, физико-механическими свойствами и жаростойкостью УУКМ в зависимости от соотношения $MoSi_2/ZrB_2$ в материале покрытий системы $ZrB_2 - MoSi_2 - SiC$. Установлено, что зависимости прочности на изгиб и твёрдости носят экстремальный характер: наиболее высокие показатели достигнуты при $MoSi_2/ZrB_2 = 0,45$.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработан способ получения и составы покрытий в системах $MoSi_2 - ZrO_2 - Y_2O_3$ и $ZrB_2 - MoSi_2 - SiC$, обеспечивающих работоспособность углеродных материалов в окислительной среде при температурах долговременно выше 1500 °C и кратковременно выше 2000 °C (Пат. РФ № 2714978, 2020, «Способ получения защитного покрытия на поверхности деталей из углерод-углеродных композиционных материалов и графита»; Пат. РФ №2621506, 2017; «Многослойное жаростойкое покрытие на изделиях из углерод-углеродных композиционных материалов»; Пат. РФ № 2662520, 2018, «Двухслойное жаростойкое покрытие на изделиях из углерод-углеродных композиционных материалов»).

На основе проведенных стендовых испытаний на установке высокоскоростного газопламенного и плазменного напыления HVP в режиме газопламенного пистолета в

ООО «Технологические системы защитных покрытий» («ТСЗП») образцов углеродного материала с покрытиями состава $\text{MoSi}_2 - \text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ установлена их работоспособность при 2100 °С в течение 20 сек.

По результатам стендовых испытаний покрытия системы $\text{ZrB}_2 - \text{MoSi}_2 - \text{SiC}$ на высокочастотном индукционном плазматроне ВГУ-4, проведенных в Институте проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, при постоянной мощности 70 кВт в дозвуковом потоке диссоциированного воздуха при угле атаки 30°, давлении в барокамере от 100 до 300 ГПа, установлено, что покрытие сохраняет работоспособность при температуре выше 2000 °С без разрушения в течение 20 сек, а при температуре до 1850 °С - 250 сек.

Оценка достоверности результатов исследования выявила следующее:

Для экспериментальных исследований использовано современное аналитическое и исследовательское оборудование. Идея исследования опирается на мировую практику разработки и применения теплозащитных покрытий для различных углеродных материалов.

Личный вклад соискателя состоит в том, что автор подготовил и поставил преобладающую часть экспериментов, провел обработку, обобщение и анализ полученных данных. Обсуждение данных проведено автором совместно с научным руководителем, а выводы написаны лично автором.

По теме диссертации имеется 11 печатных работ, из которых 7 работ в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ (4 - в базах Web of Science/Scopus, 3 – патента).

Пункт 2.6 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС соискателем ученой степени не нарушен.

Диссертация Сеницына Дмитрия Юрьевича соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС, так как полученные результаты являются новыми и имеют научную и практическую значимость, поскольку выявлены причинно-следственные связи между элементным и фазовым составами, структурой и физико-механическими свойствами, жаростойкостью в зависимости от соотношения $\text{MoSi}_2/\text{ZrB}_2$ в материале покрытий, что позволило достичь поставленной цели – обеспечить жаростойкость УМ для работы в окислительной атмосфере при температурах длительно выше 1500 °С и кратковременно выше 2000 °С за счёт оптимизации фазового состава, механических свойств покрытий системы $\text{ZrB}_2 - \text{SiC} - \text{MoSi}_2$.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Сеницыну
Дмитрию Юрьевичу ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.5 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Результаты голосования: при проведении тайного голосования экспертная комиссия
в количестве 5 человек, участвовавших в заседании, из 5 человек, входящих в состав
комиссии, проголосовала: за 4, против 1, недействительных бюллетеней 0.

Председатель Экспертной комиссии



Е.А. Левашов

27.09.2023