

Отзыв официального оппонента

Герасимова Михаила Владимировича

на диссертационную работу Козлова Ильи Андреевича на тему
**«Энергоэффективный процесс плазменного электролитического
оксидирования для модифицирования поверхности
магниевого сплава МЛ5»,**

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.09 «Материаловедение (машиностроение)»

I. Общая характеристика диссертационной работы

Диссертация и автореферат выполнены А.И. Козловым в ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» в лаборатории коррозии и защиты металлов.

По теме диссертации опубликовано 12 печатных работ, в том числе 7 работ в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ и 1 патент РФ.

Представленная на отзыв диссертация объемом 152 страницы состоит из введения, трёх глав, выводов и основных результатов исследования, списка литературы из 190 библиографических источников, содержит 52 рисунка и 18 таблиц.

Структура диссертации раскрывает поставленную цель. Во введении содержится квалификационная характеристика кандидатской диссертации. Каждая из трех глав сопровождается аргументированными выводами. В общих выводах и основных результатах исследования изложены итоги, рекомендации по использованию полученных результатов и обозначены перспективы дальнейшей разработки темы.

Структура и содержание работы соискателя соответствует требованиям ВАК Российской Федерации, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Диссертационная работа соответствует специальности 05.16.09-Материаловедение(машиностроение).

В первой главе «Литературный обзор» рассмотрены результаты анализа научно-технической литературы. Соискатель обосновывает актуальность решаемой проблемы и формулирует цели и задачи исследований.

Вторая глава «Методика экспериментальных исследований» посвящена выбору материала образцов и базового состава электролита для плазменного электролитического оксидирования. Приведены схемы и краткое описание оборудования для реализации процесса ПЭО (плазменного электролитического оксидирования). Приведены методики

исследования структуры, химического и фазового состава формируемого покрытия и поверхности образцов из литейного магниевого сплава МЛ5. Описана методика ускоренных коррозионных испытаний в камере соляного тумана (КСТ) и при постоянном погружении в раствор хлорида натрия. Приведено описание методики электрохимических исследований образцов с ПЭО покрытием.

Третья глава «Экспериментальные исследования свойств и морфологии ПЭО покрытия, формируемого на литейном магневом сплаве МЛ5» разделена на три части, затрагивающие вопросы влияния химического состава поверхности магниевого сплава МЛ5 на защитные свойства и структуру покрытия, влияния формы, последовательности и амплитуды поляризующего напряжения на ПЭО процесс, структуру и защитные свойства покрытия, а также вопрос оптимизации состава электролита для получения ПЭО покрытия с максимальными защитными свойствами.

II. Актуальность темы диссертации

Сплавы магния широко применяются в авиационной и других отраслях промышленности. Низкая коррозионная стойкость магния и его сплавов существенным образом ограничивает их применение.

Перспективным для защиты магниевых сплавов от коррозии может быть технология ПЭО, находящаяся на стадии активного развития.

Диссертационная работа «Энергоэффективный процесс плазменного электролитического оксидирования для модифицирования поверхности магниевого сплава МЛ5» посвящена разработке технологии плазменного электролитического оксидирования для модифицирования поверхности магниевого сплава МЛ5, обеспечивающего получение ненаполненного оксидного покрытия с высокими защитными антикоррозионными свойствами.

На основании вышесказанного, диссертационная работа Козлова И.А. является актуальной, а автор внес свой вклад в развитие данного направления.

III. Научная новизна, обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

К научной новизне следует отнести то, что автор, используя современные методы электрохимических исследований и методики металлографических исследований, установил влияние фазовых составляющих поверхности сплава на структуру формируемого покрытия. Дано теоретическое обоснование влияния поверхности на начальном этапе роста оксидного покрытия в процессе плазменного электролитического оксидирования.

Значительную часть работы автор посвятил исследованию влиянию формы поляризующего напряжения на свойства и структуру оксидного покрытия. Установлено, что анодный поляризующий импульс длительностью порядка 10^{-4} с позволяет реализоваться единичному разряду максимальной мощности, что снижает пористость ПЭО покрытия.

Установлен механизм влияния тринатрийфосфата в составе силикатного электролита для ПЭО на коррозионные свойства покрытия. Предложенные в результате исследований решения позволили существенно повысить защитные свойства покрытия в водных растворах хлорида натрия.

Получен патент на изобретение, что также свидетельствует о новизне работы.

Достоверность научных положений, результатов, выводов и рекомендаций соответствует современным методам исследования, таким как методы анализа топографии поверхности, определения толщины оксидных покрытий, определения микротвердости покрытий, потенциодинамической поляризации и электрохимической импедансной спектроскопии, ускоренного коррозионного испытания в камере соляного тумана.

IV. Практическая ценность результатов

Соискателем в результате исследований получены значимые с практической точки зрения результаты, что позволило сформулировать практические рекомендации для промышленного освоения технологии ПЭО, на основании которых разработана технологическая рекомендация ТР 1.2.2255-2012 «Нанесение микродугового покрытия на деформируемые и литейные магниевые сплавы».

Автором предложены варианты придания электрохимической гомогенности поверхности магниевого сплава за счет предварительной

химической обработки поверхности. Показана возможность улучшения структуры ПЭО покрытия на магниевом сплаве МЛ5 за счёт предварительного вытравливания алюминий- и марганецсодержащих фаз. Было также высказано предположение о том, что длительность поляризующего сигнала не должна превышать времени «жизни» микроплазменного разряда, что должно обеспечить снижение затрат электрической энергии и снизить общую пористость покрытия за счет исключения вторичных и третичных разрядов, которые возникают преимущественно в разогретых местах, где имеет место или затухает первичный разряд.

Приведены данные сравнительных исследований свойств ПЭО покрытий, полученных по экспериментальному и «традиционному» режиму. Экспериментальный режим характеризовался использованием короткого прямоугольного поляризующего импульса напряжения, что обеспечивало принудительное начало искрового пробоя с потенциалом, который заведомо выше, чем необходимо для самопроизвольного образования искрового пробоя. При использовании «традиционного» режима применялась синусоидальная форма импульса напряжения, что позволяло реализовать естественное возникновение и затухание микроплазменных разрядов. Установлено, что на формирование сопоставимого по свойствам покрытия на магниевом сплаве МЛ5 по экспериментальному режиму на процесс ПЭО тратится значительно меньше энергии (на 33%), чем по «традиционному». Автор объяснил данный результат отсутствием «инкубационного» периода формирования разрядов и потерь энергии на формирование вторичных микроплазменных разрядов.

Соискатель приводит результаты сравнительных исследований влияния «принудительного» и «естественного» окончания горения микроплазменных разрядов. Применение методов электрохимических исследований, в частности метода импедансной спектроскопии, показали, что покрытие, сформированное по режиму естественного окончания горения, обладает более высокими защитными свойствами.

Рассмотрены различные варианты добавок в электролит ПЭО с целью придания оксидному покрытию более высоких антикоррозионных свойств. Автором по совокупности критериев выбран тринатрийфосфат в качестве модификатора стандартного силикатного электролита, который показал себя как ингибитор коррозии при дальнейших коррозионных испытаниях.

В заключительной части автором приведены результаты коррозионных испытаний образцов из магниевого сплава МЛ5 в камере

соляного тумана, в том числе в контакте с различными материалами. Получен положительный эффект, подтверждающий эффективность разработанного автором процесса плазменного электролитического оксидирования для модифицирования поверхности магниевого сплава МЛ5 с целью обеспечения высокой коррозионной стойкости материала.

Основные положения работы опубликованы в 12 печатных работах, в том числе в 7 рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, получен 1 патент РФ.

V. Список замечаний по диссертации и автореферату

Положительно оценивая рассматриваемую работу в целом, достаточную степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, следует отметить:

1. Следовало бы добавить в диссертацию четвертую главу, отражающую практическую ценность результатов работы.

2. В диссертационной работе имеются опечатки. В таблице на странице 70 значение длительности поляризующих импульсов синусоидальной формы равно 2×10^{-2} с, прямоугольной - 1×10^{-4} с, а на странице 79 при обсуждении результатов: синусоидальной - 1×10^{-2} с, прямоугольной - 2×10^{-4} с.

3. Автор использовал импульсы прямоугольной формы длительностью 200 мкс и утверждает, что в данный промежуток времени возникает только один микроплазменный разряд. Из литературных данных, приведенных на стр.69, следует, что длительность одного микроплазменного разряда может составлять 30-300 мкс, и, следовательно, не исключена возможность возникновения нескольких импульсов.

4. Нет полной информации по рисунку 3.27: в подрисуночной подписи не указан состав электролита, скорость развертки потенциала, нет полной информации по размерностям на осях координат. Кроме того, описание графика требует более четкого обсуждения, связанного с вопросами протекания катодных процессов с кислородной и водородной деполяризацией.

5. Положительные результаты коррозионных испытаний в камере соляного тумана (по внешнему виду образцов) следовало бы подтвердить дополнительными исследованиями, так как возможны коррозионные

разрушения металла под сквозными порами, невидимые с внешней стороны покрытия.

6. На странице 93 при обсуждении результатов коррозионных испытаний (по количеству выделившегося водорода с единицы поверхности) образцов с ПЭО покрытием автор пишет: "...при соотношении анодной и катодной плотности тока 1,1; 1,25; 0,9 видимых разрушений покрытия не обнаружено", и на основании этого предполагает, что «накопленный газ является продуктом дегазации испытательного раствора...». Не понятно, что имел в виду автор под термином «дегазация»?

Однако приведенные выше замечания не снижают научной и практической ценности диссертационной работы Козлова И.А.

VI. Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным «Положением о порядке присуждения ученых степеней», а также соответствие работы требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Структура работы определена в соответствии с целью и задачами на основе требований государственного стандарта по оформлению НИР. Тема исследования раскрыта на основе полученных научно-обоснованных результатов, включающих научную новизну.

Автореферат отражает краткое содержание диссертации. Автореферат соответствует содержанию диссертации. Поставленная цель и задачи в работе диссертантом успешно решены. Замечаний к выводам, выполненным по итогам работы нет. Выводы совпадают с поставленными задачами.

Диссертационная работа Козлова И.А. является научно-квалификационной работой, содержащей решение научной задачи и соответствует паспорту специальности 05.16.09 - «Материаловедение (машиностроение)». По объему проведенных исследований, их актуальности, научной новизне и практической значимости диссертационная работа Козлова И.А. полностью соответствует п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года №842.

Работа выполнена на высоком научном уровне, изучены и освоены современные методики исследования поверхности и формирования плазменных электролитических покрытий, предложены технические

решения, направленные на повышение коррозионной стойкости отечественных магниевых сплавов, имеющих важное народно-хозяйственное значение. Работа соответствует всем требованиям ВАК, а ее автор, Козлов Илья Андреевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 - «Материаловедение (машиностроение)».

Официальный оппонент:

Кандидат технических наук,
старший научный сотрудник
Владимирович

 Герасимов Михаил
25.04.2019г.

Подпись Герасимова Михаила Владимировича удостоверяю

Ученый секретарь института

И.Г. Варшавская



Сведения об оппоненте:

Герасимов Михаил Владимирович, к.т.н., старший научный сотрудник
лаборатории окисления и пассивации металлов и сплавов

ФГБУН Института Физической Химии и Электрохимии им. А.Н.Фрумкина
Российской Академии Наук (ИФХЭ РАН)

Почтовый адрес: 119071, г.Москва, Ленинский пр.д.31 корп.4;

e-mail: mvger2018@yandex.ru