

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию

Варданяна Эдуарда Леонидовича на тему «Научные основы формирования ионно-плазменных износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нанослоев титана и алюминия» по специальности 2.6.6 - Нанотехнологии и наноматериалы на соискание ученой степени доктора технических наук

Актуальность темы исследования

Развитию отечественной инструментальной промышленности в последнее время уделяется большое внимание, о чем свидетельствует разработанная Стратегия развития станкоинструментальной промышленности на период до 2035 г. от 5 ноября 2020 г. № 2869-р, целью которой является повышение конкурентоспособности выпускаемой продукции, в частности режущих инструментов. Ключевой задачей является выполнение комплексных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по созданию и повышению качества отечественного инструмента широкой номенклатуры и создание производства инструментов мирового уровня.

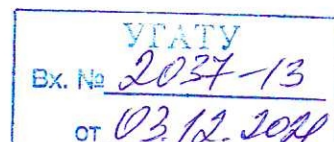
Крупные производители металлорежущих инструментов для повышения конкурентоспособности своего продукта и решения проблемы низкого ресурса инструмента, уделяют пристальное внимание к различным методам модификации и упрочнения режущей поверхности. Для повышения ресурса металлорежущих инструментов разработаны и исследованы большое количество упрочняющих покрытий, такие как: TiN, TiCN, TiC, CrN, TiAlN. Однако, исследования, посвященные усовершенствованию существующих покрытий и разработке новых методов повышения характеристик, не прекращаются в настоящее время. Таким образом актуальность диссертационной работы не вызывает никаких сомнений.

Научная новизна исследования

К основной научной новизне диссертационной работы следует отнести следующее:

1. Впервые установленные закономерности формирования нанослоев на металлических подложках при послойном осаждении покрытий из плазмы, генерируемой электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из титана и алюминия и при ассистировании процесса плазменным источником с накальным катодом.

2. Впервые на основе разработанной математической модели доказана возможность прогнозирования стехиометрического состава защитных



покрытий в зависимости от технологических параметров. Установлена корреляция между пространственным расположением образцов в вакуумной камере и формируемой нанослоистой структурой покрытий, получаемых при послойном осаждении титана и алюминия из плазмы вакуумного дугового разряда. С использованием компьютерного моделирования проведены расчеты диффузионных процессов между нанослоями с использованием метода конечных элементов.

3. Впервые разработанная архитектура многослойных интерметаллидных покрытий на основе системы Ti-Al на металлических поверхностях, полученные зависимости особенностей строения и фазового состава разрабатываемых покрытий от технологических режимов получения.

4. Впервые установленные закономерности влияния соотношения толщины макро- и нанослоев, а также их строения и фазового состава на физико-механические и трибологические свойства защитного покрытия, влияние толщины макрослоев $h_{\text{Ti-Al}}/h_{\text{Ti-Al-N}}$ в покрытии на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия на коэффициент упругого восстановления (W_e).

Теоретическая и практическая значимость результатов исследования

Несомненную теоретическую и практическую значимость представляют следующие, впервые полученные Варданяном Э.Л., результаты:

1. Разработаны и запатентованы новые способы формирования интерметаллидных покрытий для упрочнения инструментов: способ получения износостойкого градиентного покрытия системы Ti-Al на стальной детали в вакууме (Патент № 2662516 от 26.07.2018 г.), способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al (Патент № 2489514 от 22.03.2012 г.), способ получения покрытия на основе интерметаллидных соединений системы Ti-Al, синтезированного в среде азота (Патент № 2689474 от 28.05.2019 г.), способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом (Патент № 2694857 от 18.07.2019 г.) и способы упрочнения металлорежущих инструментов (Патент № 2699700 от 27.03.2019 г., Патент № 2697749 от 19.08.2019 г., Патент № 2700344 от 16.09.2019 г.) осаждением покрытий на основе интерметаллидных соединений системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда. Данные способы легли в основу технологических процессов упрочнения металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, позволяющих увеличить их стойкость до 4 раз по сравнению с импортными аналогами. Убедительно доказана целесообразность и эффективность нанесения износостойких покрытий на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия из плазмы

вакуумно-дугового разряда на металлорежущие инструменты широкой номенклатуры.

2. Разработана математическая модель и на ее основе программа для ЭВМ, позволяющая спрогнозировать химический и стехиометрический состав покрытия в зависимости от технологических параметров (Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2012616194, № 2019617973). Теоретически исследованы механизмы формирования интерметаллидных соединений различного фазового состава при послойном (Ti/Al) осаждении в среде инертного газа аргона и реакционного газа азота из ПВДР.

3. Разработаны технологические режимы формирования композиционных наноструктурных покрытий интерметаллидных соединений системы Ti-Al, осажденных в среде реакционного (азот) и инертного (аргон) газов. Покрытия, полученные по разработанным технологическим режимам, позволили увеличить ресурс металлорежущего инструмента до 3 раз по сравнению с импортным инструментом. Повторяемость полученных результатов подтверждена актами производственных испытаний металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, а также внедрением на серийное производство и упрочнением концевых фрез в количестве более 5000 штук.

Структура и содержание работы

Представленная работа состоит из введения, семи глав, заключения, списка использованных источников, содержащего 172 наименования, и приложений. Основной материал изложен на 296 страницах машинописного текста, включая 154 рисунка и 39 таблиц.

Во введении обоснована актуальность темы, обозначены цель работы, научная новизна и практическая значимость, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе на основе литературных данных приведен аналитический обзор, посвященный особенностям изнашивания режущих инструментов и существующим способам упрочнения металлорежущего инструмента. Проведен детальный анализ работ как отечественных, так и зарубежных авторов. Приведён обзор способов поверхностного упрочнения инструментальных материалов и их применение. Сделан анализ используемых в настоящее время методов нанесения износостойких покрытий системы Ti-Al-N, указаны достоинства и недостатки каждого метода. Выделено, что важным аспектом в формировании функциональных покрытий с повышенными физико-механическими свойствами для металлорежущего инструмента является архитектура покрытий (последовательность и состав чередующихся слоев).

Установлено, что за счет многослойной структуры можно формировать покрытия, обладающие более высокими механическими и эксплуатационными свойствами, по сравнению с однослойными покрытиями. Выявлено, что разработка архитектуры покрытия играет важную роль в обеспечении конечных эксплуатационных свойств.

Установлено, что варьируя строением покрытия, путем изменения его структуры (толщины и количества отдельных нанослоев), изменением химического состава каждого слоя, фазового состава каждого слоя, можно направленно изменять его механические и эксплуатационные свойства.

Во второй главе приведено описание используемых материалов, оборудования и методик исследования. Приведено описание модернизированной установки ННВ-6.6-И1, на которой осаждали защитные покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда. Установка оснащена плазменным источником с накальным катодом, которая позволила проводить дополнительную ионную очистку, активацию обрабатываемых поверхностей ионами газа, быстрый нагрев обрабатываемых деталей до необходимой температуры, и последующее ассистированное ионно-плазменное нанесение покрытий. Детально расписана методика проведения экспериментов по осаждению исследуемых покрытий, и диапазоны варьирования технологических параметров.

В третьей главе приводится описание разработанного способа получения покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al и механизмов формирования интерметаллидных фаз при ассистированном вакуумно-дуговом осаждении. Так же приведено описание разработанной математической модели процесса вакуумного ионно-плазменного осаждения покрытий для прогнозирования его стехиометрического и химического состава. Приведены результаты расчетов, полученных по разработанной модели, установлена корреляция между пространственным расположением образцов в вакуумной камере и формируемой нанослоистой структурой покрытий, получаемых при послойном осаждении титана и алюминия из плазмы вакуумного дугового разряда. С использованием компьютерного моделирования проведены расчеты диффузионных процессов между нанослоями с использованием метода конечных элементов. По результатам расчетов диффузионных процессов установлено, что толщина диффузионных слоев при температуре обработки ~700 К, вне зависимости от толщины слоев титана и алюминия составляет порядка 2-2,2 нм.

Четвертая глава посвящена экспериментальным исследованиям покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде инертного газа аргона. В данной главе установлены закономерности влияния

технологических параметров процесса на фазовый состав покрытий, микротвердость и коэффициент трения. Трибологические свойства поверхности образцов исследовались по схеме испытания «шар-диск». На основе исследований получены зависимости убыли массы от толщины и количества слоев.

В пятой главе приведены результаты исследования покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al синтезированных в среде реакционного газа азота. В данной главе приведено описание аналогичных исследований для нитридных слоев, установлены закономерности формирования нитридов титана и алюминия в зависимости от технологических режимов.

В шестой главе представлены результаты исследований многослойных покрытий, состоящих из макрослоев синтезированных в среде аргона и азота. Шестая глава логически разделена на два подраздела. В первой части проведено исследование влияния соотношения толщины макрослоев синтезированных в среде азота или аргона. Во второй части проведено исследование влияния толщины макрослоев на структурно-фазовые, физико-механические и эксплуатационные свойства покрытий. Установлено, что уменьшение толщины нанослоев Ti и Al до ~5 нм и увеличение толщины макрослоев до 500 нм приводит к увеличению физико-механических свойств (микротвердости до 2800 НВ, нанотвердости до 45 ГПа, адгезионной прочности до 25 Н, коэффициента упругого восстановления до 75%) покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al.

Седьмая глава посвящена разработке типовой технологии нанесения износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нанослоев титана и алюминия. По разработанной технологии было обработано большое количество инструментов (более 5000 шт.). Металлорежущие инструменты с разработанными покрытиями были испытаны на производственных площадках ПАО «ОДК-УМПО», НПА «Технопарк – АТ», АО «УАПО», АО «УАП «Гидравлика», АО «БелЗАН» и т.д. Все испытания подтверждены актами производственных испытаний. Таким образом, в рамках диссертационной работы разработаны технологии упрочнения металлорежущих инструментов широкой номенклатуры. Натурные производственные испытания проведены на крупных машиностроительных предприятиях Республики Башкортостан. Актами производственных испытаний и внедрений подтверждается положительный результат увеличения стойкости инструмента до 12 раз.

В заключении представлены основные выводы и результаты работы.

В целом, работа изложена технически грамотным языком. Каждая глава содержит важные результаты научных исследований автора и сопровождается

развернутыми выводами. Общее оформление работ соответствует требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Научные положения, выносимые на защиту, и основные выводы работы физически обоснованы с использованием адекватной интерпретации полученных экспериментальных данных, сопоставлением результатов оригинальных исследований с имеющимися в современной литературе экспериментальными и теоретическими данными других авторов. Представленные результаты исследований признаны отечественной и зарубежной научной общественностью, прошли широкое обсуждение на российских и международных научных конференциях, опубликованы в рецензируемых научных журналах, входящих в ВАК.

Достоверность и новизна полученных результатов

Выводы и научные положения, изложенные в диссертации Варданяна Э.Л., получены на основе анализа результатов многочисленных экспериментальных исследований и математического моделирования.

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением теории планирования эксперимента, дублированием опытов и использованием современного аналитического испытательного оборудования.

Приведенные в диссертационной работе результаты исследований и испытаний достаточно хорошо согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам. Результаты работы прошли достаточную апробацию: доложены на 15 международных конференциях, а также отражены в 30 статьях, 9 патентах и 2 программах для ЭВМ.

Замечания по диссертационной работе

Не смотря на очевидные достоинства работы, есть ряд замечаний:

1. В главе 3 предложен новый способ получения защитного покрытия на основе «ИнСиТА» при осаждении из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al и нагреве подложки до 450 °С. Автору необходимо было пояснить почему именно до этой температуры происходил нагрев подложки и зависит ли температура нагрева от материала подложки.

2. На стр. 75 автор приводит возможные химические реакции титана с алюминием, которые протекают на поверхности подложки во время роста

покрытий. Возникают вопросы: только ли на поверхности подложки, а не в каждом слое, протекают указанные химические реакции, и почему именно указанные реакции? В рассматриваемой системе Ti-Al возможно образование и метастабильных фаз, как сам же автор и указывает на стр. 77.

3. Основные процедуры и функции разработанных программ (стр. 92-99 и стр. 110-126) следовало бы привести в приложении, т.к. сами коды программ, написанные на языке Delphi, не относятся к сути диссертационной работы.

4. На стр. 127 приведены результаты энергодисперсионного анализа химических элементов в покрытии. Однако не ясно, в каких метлах полученного покрытия (поверхность или поперечное сечение) были проведены исследования. В табл. 6.9 процентное содержание химических элементов не равно 100 %, это говорит о дополнительных элементах в покрытии? Рисунки 6.35-6.38 следовало бы для наглядности объединить с рис. 6.39 (имеются опечатки в нумерации рисунков).

5. Дифрактограммы на рис. 4.4-4.7 приведены для одинаковых режимов обработки $I_{дTi}=90A$; $I_{дAl} = 60A$, так ли это? На представленных дифрактограммах не следовало обозначать некоторые пики, как «подложка», тем более что не все пики на дифрактограмме идентифицированы. Тоже самое замечание относится к рис. 4.8-4.14.

6. Автору стоило указать, каким методом были проведены расчеты количественного анализа фаз (метод Ритфелда или метод корундовых чисел). В таблице 4.1 не ясно какие места в полученном образце были изучены, и почему указаны только интерметаллидные фазы. При этом описание на стр. 136-137 не сходится с приведенными значениями в табл. 4.1.

7. Автор при проведении трибологических испытаний исследовал только изменение массы образцов с покрытиями, однако также имеет важное значение износ самого контртела, а также вопрос налипания продуктов износа на него. Также стоит отметить, что автор делает выводы, что с увеличением количества слоев в покрытиях, синтезированных в среде инертного газа аргона от 120 до 1680, износостойкость увеличивается в 3-4 раза. Однако физическую трактовку данного факта не приводит.

8. Автор на стр. 159 делает вывод, о том, что коэффициент трения для образцов с различным количеством слоев от 120 до 1680 равен 0,5, но это не соответствует результатам трибологических исследований, приведенных на рис. 4.26-4.29. Аналогичное замечание для рис. 5.8-5.10 (два рисунка под одним номером 5.10) и сделанных выводов на стр. 167.

9. На стр. 164, автором указано: «Это связано тем, что при увеличении расстояния от оси стола толщина наносимого слоя титана и алюминия уменьшается, тем самым весь алюминий вступает в реакцию с титаном, образуя

интерметаллид, а оставшийся титан образует TiN». Однако на приведенных дифрактограммах на рис. 5.3 и 5.4 видны пики свободного титана, что говорит о том, что не весь титан вступил во взаимодействие с азотом с образованием TiN.

10. На стр. 167 автор указывает, что в полученных покрытиях при варьировании количества слоев от 120 до 1680 увеличивается микротвердость от 1500 до 3700 HV_{0,05}. И объясняет это тем, что изменение микротвердости покрытий связано с уменьшением размера зерен и формированием наноструктур. Однако наглядных доказательств этому выводу не приводит.

11. Автор проводит сравнение полученных покрытий с покрытиями на основе Ti-TiN, Ti-TiZrN. Возникает вопрос, почему бы не сравнить полученные покрытия с хорошо зарекомендованными на предприятиях покрытиями на основе TiAlN?

12. В работе имеется ряд орфографических ошибок, в тексте присутствует разный стиль и размер шрифта. На стр. 68 п. 2.4 назван не верно. На некоторых приведенных микроструктурах не указаны размерные маркеры, что усложняет понимание. Сведения последних четырех строк в таблицах 6.2-6.5 обычно не приводятся.

Сделанные замечания никоим образом не снижают научной и практической значимости работы и ее новизны, а являются рекомендательными. Как итог, можно сделать вывод, что в диссертационной работе на основании выполненных Варданяном Э.Л. исследований изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, связанные с разработкой защитных покрытий для режущего инструмента, подвергающегося абразивному износу.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным
«Положением о присуждении ученых степеней»

Диссертация Варданяна Эдуарда Леонидовича на соискание ученой степени доктора технических наук является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований решена важная научная проблема повышения стойкости и эксплуатационных свойств металлорежущих инструментов за счет формирования ионно-плазменных износостойких покрытий на основе композитных нитридных и интерметаллидных нанослоев титана и алюминия, что соответствует требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положение о порядке присуждения учёных степеней» Постановления Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. (ред. от 01.10.2018 г.), а ее автор, Варданян Эдуард Леонидович, заслуживает

присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.6
- Нанотехнологии и наноматериалы.



Бажин

Бажин Павел Михайлович

29.11.2021

Ученая степень	доктор технических наук
Шифр специальности, по которой защищена диссертация	05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы
Основное место работы (полное наименование организации)	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук
Должность	заместитель директора по научной работе
Почтовый адрес	142432, РФ, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.8
Адрес электронной почты	bazhin@ism.ac.ru
Телефон	8(916)931-15-20