



**САМАРСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**  
SAMARA UNIVERSITY

федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева»

ул. Московское шоссе, д. 34, г. Самара, 443086  
Тел.: +7 (846) 335-18-26, факс: +7 (846) 335-18-36  
Сайт: www.ssau.ru, e-mail: ssau@ssau.ru  
ОКПО 02068410, ОГРН 1026301168310,  
ИНН 6316000632, КПП 631601001

02 ДЕК 2021

№ 104-6231

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

УТВЕРЖДАЮ  
Первый проректор –  
проректор по научно-  
исследовательской работе  
доктор технических наук, доцент



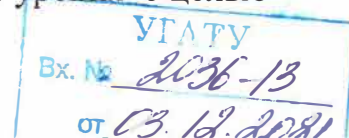
А. Б. Прокофьев  
29 ноября 2021 г.

**ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**  
**на диссертационную работу Варданяна Эдуарда Леонидовича на тему**  
**«Научные основы формирования ионно-плазменных износостойких**  
**покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных**  
**нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия»**  
**представленную на соискание ученой степени доктора технических наук**  
**по специальности 2.6.6 — Нанотехнологии и наноматериалы**

**Актуальность темы исследования**

Станкоинструментальная промышленность является базовой фондообразующей отраслью, обеспечивающая оснащение средствами производства широкий спектр предприятий, выпускающих машиностроительную продукцию как гражданского, так и специального назначения. В начале 1990-х гг. станкоинструментальная отрасль России стремительно потеряла завоеванные мировые позиции. В настоящее время Российские производители металлорежущего инструмента для станков занимают менее 30% внутреннего рынка, а уровень импортозависимости станкоинструментальной промышленности критический, более 90%. Наиболее востребованной группой металлорежущего инструмента в России и в мире является твердосплавный инструмент (цельный и сборный с многогранными пластинами), доля которого составляет около 85% спроса. Импортозависимость в инструментальном производстве обусловлена рядом острых проблем: отставанием технологического уровня продукции; недостаточной широтой модельного ряда; дефицитом кадровых ресурсов.

Одна из ключевых задач Стратегии развития станкоинструментальной промышленности на период до 2035 г. от 5 ноября 2020 г. № 2869-р: выполнение комплексных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по созданию и повышению качества отечественного инструмента широкой номенклатуры и создание производства инструментов мирового уровня с целью



повышения конкурентоспособности выпускаемой отечественной продукции и снижения импортозависимости, а также для снижения рисков возникновения угрозы технологической безопасности.

Известно, что, сегодня импортный инструмент поставляется с современными инновационными покрытиями, которые обеспечивают прирост производительности по сравнению с инструментом без покрытия в 5-10 раз. И импортными производителями (Sandvik, Iscar, Nidia, Mitsubishi и др) уделяется большое внимание не только на усовершенствование инструментальных материалов, но и разработке новых материалов покрытий для различных групп инструментов.

В связи с этим, представленное исследование, направленное разработку научных основ формирования износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия

### **Структура и содержание работы**

Представленная работа состоит из введения, семи глав, заключения, списка использованных источников, содержащего 172 наименований, 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, посвящённый особенностям изнашивания режущих инструментов и существующим способам поверхностного упрочнения металлорежущего инструмента и его применение. Проведен детальный анализ работ отечественных и зарубежных авторов. Сделан анализ используемых в настоящее время методов нанесения износостойких покрытий системы Ti-Al-N, указаны достоинства и недостатки каждого метода. Отмечено, что важным аспектом в формировании функциональных покрытий с повышенными физико-механическими свойствами для металлорежущего инструмента является архитектура покрытий, т.е. последовательность и состав чередующихся слоев. Установлено, что за счет многослойной структуры можно формировать покрытия, обладающие более высокими механическими и эксплуатационными свойствами, нежели однослойные

покрытия. Подбор архитектуры покрытия играет важную роль в обеспечении конечных эксплуатационных свойств.

Установлено, что, варьируя строением покрытия, путем изменения его структуры (толщину и количество отдельных нанослоев покрытия), изменения химического состава каждого из слоев, фазового состава можно направленно изменять его механические и эксплуатационные свойства.

**Во второй главе** приведено описание используемых материалов, оборудования и методик исследования образцов из инструментальных материалов с разработанными покрытиями. Износостойкие покрытия осаждали из плазмы вакуумно-дугового разряда на модернизированной установке ННВ-6.6-И1. Установка оснащена плазменным источником с накаливаемым 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. За счет увеличения скорости рабочего вращения стола вокруг оси регулируется толщина формируемых нанослоев, а за счет смены реакционного и инертного газов, регулируется толщины наносимых макрослоев.

**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, и установлена корреляция между пространственным расположением 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 нано-слоями с использованием метода конечных элементов. По результатам расчетов диффузионных процессов установлено, что толщина диффузионных слоев при температуре обработки  $\sim 700$  К, вне зависимости от толщины слоев титана и алюминия, одинаковая и составляет порядка 2-2,2 нм. Соответственно установлено, что увеличение количества нано-слоев и уменьшение их толщины позволит увеличить процентное содержание интерметаллидных фаз.

**Четвертая глава** посвящена экспериментальным исследованиям покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде инертного газа аргона. Установлены закономерности влияния технологических параметров нанесения 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. Приведены описания 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. Режимы получения многослойных покрытий базируются на результатах, полученных в предыдущих главах. Глава логически разделена на два подраздела. В первой части исследуется влияние соотношения толщины макрослоев, синтезированных в среде азота или аргона, а во второй части исследуется влияние толщины макрослоев при постоянном соотношении на структурно-фазовые, физико-механические и эксплуатационные свойства покрытий. Установлено, что уменьшение толщины нанослоев Ti и Al до ~5 нм, но при этом увеличение толщины макрослоев до 500 нм приводит к увеличению физико-механических свойств (микротвердости до 2800HV, нанотвердости до 45ГПа, адгезионной прочности до 25Н, коэффициента упругого восстановления до 75%) покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al. Полученные закономерности и зависимости позволяют сконструировать новые покрытия с высокими эксплуатационными свойствами.

**Седьмая глава** посвящена разработке типовой технологии нанесения износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия. По разработанной технологии было получено и испытано большое количество единиц инструмента (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 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 работы соответствует требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям.

### **Научная новизна**

Научная новизна результатов, полученных Варданием Э.Л. в ходе диссертационного исследования, заключается в следующем.

1. Установлено образование в покрытии интерметаллидных соединений, а именно фазы  $TiAl_3$ ,  $TiAl$ ,  $Ti_3Al$ , наряду с соединениями  $Ti$  и  $Al$  с азотом (в случае реакционного газа), при послойном осаждении покрытий из плазмы, генерируемой электродуговыми испарителями, оснащёнными однокомпонентными катодами из титана и алюминия, при ассистировании процесса плазменным источником с накальным катодом для дополнительной ионизации реакционного (азота) или инертного (аргона) газа, а также при нагреве подложки до температуры  $450^\circ C$ .

2. Разработана математическая модель, на основе которой доказана возможность прогнозирования стехиометрического состава покрытий в зависимости от технологических параметров.

3. Установлены закономерности влияния скорости вращения рабочего стола от 1 до 14 об/мин, и соответственно, изменение толщины нано-слоев от  $\sim 50$  до  $\sim 5$  нм, на содержание нитридных и интерметаллидных фаз при осаждении в среде азота, и на содержания интерметаллидных фаз при осаждении в среде аргона.

4. Установлено влияние толщины нано- и макро- слоев на микротвердость композитных покрытий. Уменьшение толщины нанослоев до 5 нм и одновременное увеличение толщины макрослоев до 0,5 мкм, приводит к увеличению микротвердости многослойных композитных покрытий с 1500–1800 до 3700–4500 HV<sub>0,05</sub>;

5. Установлено влияние соотношения толщины макрослоев  $hTi-Al/hTi-Al-N$  в покрытии на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия на коэффициент упругого восстановления ( $We$ ). При этом покрытие с  $hTi-Al/hTi-Al-N = 1$  обладает большим значением  $We=65,4\%$  при критической нагрузке 25Н.

6. Установлена эффективная толщина нитридных и интерметаллидных слоев, которая обеспечивает уровень физико-механических и эксплуатационных свойств. При толщине макрослоев равной 0,5 мкм нанотвердость композиционного покрытия составляет  $\sim 4500\text{HV}_{0.05}$ , а модуль упругости  $E=200\text{ГПа}$

### **Теоретическая и практическая значимость**

В рамках диссертационной работы разработаны:

- способ получения износостойкого градиентного покрытия системы Ti-Al на стальной детали в вакууме (Патент № 2662516 от 26.07.2018), способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al (Патенты № 2489514 от 22.03.2012), способ получения покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированного в среде азота (Патент № 2689474 от 28.05.2019), способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом (Патент № 2694857 от 18.07.2019) и способы упрочнения металлорежущих инструментов (Патент № 2699700 от 27.03.2019, Патент № 2697749 от 19.08.2019, Патент № 2700344 от 16.09.2019) осаждением покрытий на основе системы Ti-Al, способ получения покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда. Данные способы легли в основу технологических процессов упрочнения металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, позволяющих увеличить стойкость до 4 раз по сравнению с импортными аналогами. Доказаны 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.

Разработана математическая модель и на ее основе программа для ЭВМ, позволяющая прогнозировать химический и стехиометрический состав покрытия в зависимости от технологических параметров (Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2012616194, № 2019617973).

Разработаны технологические режимы формирования композиционных наноструктурных покрытий на основе интерметаллидов 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 (с коммерческим покрытием). Воспроизводимость полученных результатов для разработанных покрытий подтверждена актами производственных испытаний металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, а также

внедрением на серийное производство и упрочнением концевых фрез в количестве более 5000 штук.

### **Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации**

Результаты и выводы диссертации рекомендуется использовать в научных коллективах учебных заведений и проектных организаций, занимающихся вопросами поверхностного упрочнения. К ним относятся Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», Самарский университет, Московский авиационный институт, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет, Сибирский государственный индустриальный университет, Уфимский государственный авиационный технический университет и др.

Рекомендуется использование результатов и выводов диссертации на предприятиях машиностроительного и авиастроительного профиля и в учебном процессе при подготовке студентов и аспирантов по укрупненным группам направлений 15.00.00 Машиностроение, 18.00.00 Химические технологии, 22.00.00 Технологии материалов.

### **Оценка содержания диссертации**

Объем и содержание диссертационной работы по степени научной новизны и практической значимости удовлетворяет требованиям ВАК Российской Федерации, предъявляемым к докторским диссертациям. Анализ содержания диссертационной работы убеждает в ее завершенности. Содержание диссертации изложено в логической последовательности, а принятая терминология и стиль изложения соответствует общепринятым нормам.

Автореферат в полной мере отражает содержание диссертационной работы и ее основные положения.

**Диссертационная работа соответствует паспорту специальности 2.6.6 - Нанотехнологии и наноматериалы**, поскольку при ассистированном осаждении из плазмы вакуумно-дугового разряда, генерируемого двумя однокомпонентными катодами, при вращении обрабатываемых деталей в вакуумной камере на поверхности формируются покрытия с нано-слоистой структурой. В частности, в работе исследованы следующие области, отраженные в паспорте специальности:

- 1) в главах 3, 4, 5, 6 - п.1.1 - Технологические и экспериментальные исследования процессов получения наноматериалов и их обработки, в том числе посредством

формирования наноструктур на подложках, объёмного модифицирования расплавов, интенсивной пластической деформации, консолидации нанопорошков, модифицирования поверхности материалов, облучения ускоренными частицами, термической и термомеханической обработки; разработка технологий и оборудования;

2) в главах 3,4 - п. 1.2. - Исследование влияния наноразмерных элементов структуры на свойства наноматериалов;

3) в главах 3, 4, 5, 6 - п. 1.5. - Исследование взаимосвязи химического и фазового составов, структурного состояния с физическими, механическими, химическими, технологическими, эксплуатационными и другими свойствами наноматериалов;

4) в главах 6, 7 - п. 1.6. - Исследование процессов нанесения функциональных наноструктурных покрытий на различные материалы и конструкции, разработка технологий и оборудования;

5) в главах 3, 4, 5, 6, 7 - п. 1.7. - Исследование процессов обработки различных изделий с целью получения наноструктурных поверхностных функциональных слоев, разработка технологий и оборудования.

### **Подтверждение основных результатов диссертации в научной печати**

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 40 научных работах, в том числе коллективной монографии, 30 статьях в журналах из перечня ведущих научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ, 20 работах, индексированных в Scopus и Web of Science, 9 патентах на изобретения, 2 программах ЭВМ

### **Замечания по диссертационной работе**

Диссертация выполнена на достаточно высоком научно-методическом уровне. Вместе с тем, по диссертационной работе Варданяна Э.Л. имеются следующие замечания:

1. Во второй главе диссертации отсутствует обоснование выбора исследуемых (инструментальных) материалов – Р6М5 и ВК8, на которые производится нанесение износостойких покрытий. В автореферате не указаны материалы-основы, которые подвергались упрочнению.
2. В работе в качестве оптимальной архитектуры, с наилучшими показателями по износостойкости, выбрано многослойное покрытие с одинаковыми толщинами макрослоев = 0,5мкм. В работе приведены исследования



многослойных покрытий с меньшими толщинами слоев до 0,1 мкм, однако в работе не исследуются покрытия с большими толщинами слоев.

3. В диссертационной работе не сказано, каким образом выполнялась подготовка поверхности исследуемых материалов (Р6М5 и ВК8) перед нанесением покрытий. Упоминание об этом факте представлено в одном из блоков на рисунках 26 автореферата и 7.10 рукописи диссертации.
4. В диссертационной работе отмечено, что нанесение покрытий проводилось в течение 1 ч, однако отсутствует объяснение выбора такой продолжительности нанесения. Целесообразно было бы рассмотреть влияние продолжительности нанесения покрытий на формирование их толщины и качества.
5. В работе не указано, что являлось критерием оптимальности режимов формирования интерметаллидных покрытий в среде аргона.
6. В диссертационной работе недостаточно представлено влияние режимов нанесения покрытий на эффективность процесса, в частности на его производительность.
7. В диссертации без должной необходимости представлены основные процедуры и функции разработанных программ на языке Delphi: проверить их корректность и работоспособность без соответствующей технической и материальной подготовки невозможно. Но при этом они занимают более десятка страниц текста.
8. Неудачно представлены результаты исследования потери массы в таблице 4.4: приведены значения массы образцов до и после испытания с 6-тью символами после разделителя разрядов. То же касается результатов измерения микротвёрдости в таблицах 6.9, 6.10, 6.11 и химического состава покрытий с округлением до 4...5 значащей цифры. В чём необходимость такой чрезвычайной точности – непонятно.
9. В диссертационной работе встречаются опечатки, орфографические и грамматические ошибки.

В целом указанные замечания не оказывают существенного влияния на основные научные и практические результаты и не затрагивают основных положений, вынесенных соискателем на защиту.

### **Заключение**

В диссертационной работе Варданяна Эдуарда Леонидовича изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, внедрение которых

вносит значительный вклад в развитие инструментальной промышленности страны.

Диссертация является самостоятельной законченной научно-квалификационной работой, в которой не только представлено описание износостойкого покрытия, нового для отечественной инструментальной промышленности, но и экспериментально и с помощью математического моделирования показаны условия формирования покрытий с нано-слоистой структурой. Полученные в ходе работы результаты позволяют получать покрытия на металлорежущий инструмент с повышенными физико-механическими свойствами, что открывает новые возможности по увеличению производительности и ресурса отечественных металлорежущих инструментов, а также является значимым вкладом в развитие отечественной инструментальной промышленности, в повышении обороноспособности страны.

Работа является актуальной, полученные результаты обладают научной новизной, научно обоснованы и описывают законченные этап исследований. Достоверность изложенный в диссертации результатов подтверждается использованием современных методик исследования, применением статистической обработки экспериментальных данных и опробованием предложенных технологических решений в условиях реального производства.

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 2.6.6 - Нанотехнологии и наноматериалы; содержание автореферата соответствует содержанию диссертации и в необходимом объеме отражает ее основные результаты и выводы; результаты работы достаточно полно освещены в научной печати.

Все перечисленное дает основание считать, что представленная диссертационная работа Варданяна Э.Л., несмотря на отдельные замечания, соответствует критериям, установленным п.9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842 (с изменениями, внесенным Постановлением Правительства РФ от 21 апреля 2016 г. №335). Автор диссертации, Варданян Эдуард Леонидович, заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.6 - Нанотехнологии и наноматериалы.

Отзыв на докторскую диссертацию Варданяна Эдуарда Леонидовича на тему «Научные основы формирования ионно-плазменных износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия» подготовил заведующий

кафедрой технологии металлов и авиационного материаловедения, д.т.н., профессор Коновалов С.В.

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на расширенном заседании кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», протокол №3 от 18.11.2021 г.

Председатель семинара  
заведующий кафедрой технологии металлов  
и авиационного материаловедения,  
профессор, доктор технических наук  
(диссертация защищена по специальности  
01.04.07 – Физика конденсированного  
состояния)



Коновалов  
Сергей Валерьевич

Секретарь  
доцент кафедры технологии металлов  
и авиационного материаловедения,  
доцент, кандидат технических наук  
(диссертация защищена по специальности  
05.02.01 – Материаловедение  
(машиностроение)



Носова  
Екатерина Александровна

Почтовый адрес: 443086 г. Самара, Московское шоссе, 34, Самарский университет имени академика С.П. Королева

Телефон: 8(846) 267-4640, E-mail: [ksv@ssau.ru](mailto:ksv@ssau.ru) / [eanosova@mail.ru](mailto:eanosova@mail.ru)