

Министерство промышленности и торговли
Российской Федерации
Государственный научный центр
Российской Федерации



Центральный
научно-исследовательский
институт черной металлургии
им. И.П.Бардина

Федеральное государственное унитарное предприятие
(ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2
Тел. (495) 777-93-01; Факс (495) 777-93-00
ИНН/КПП 7701027596/770101001
E-mail: chermet@chermet.net
www.chermet.net

_____ 20__ г. № 48/1112
На № _____ от _____

«УТВЕРЖДАЮ»

И.о. генерального директора
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

В.А. УГЛОВ

« 3 » октября 2015 года

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ
на диссертационную работу Купцова К.А. «Разработка твердых износостойких наноструктурированных покрытий Ti-Cr-Si-C-N и Ti-Al-Si-C-N с высокой термической стабильностью и жаростойкостью», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Актуальность диссертационной работы

Разработка нового поколения износостойких покрытий с высокими функциональными характеристиками при высоких температурах, безусловно, является важной задачей современного материаловедения. В этой связи диссертационная работа К.А.Купцова, посвященная созданию твердых износостойких покрытий с высокой жаростойкостью и термической стабильностью с целью повышения ресурса и эксплуатационных характеристик режущего инструмента в экстремальных условиях высоких температур и интенсивных режимах резки, безусловно, актуальна и весьма своевременна. Об этом же свидетельствуют упомянутые в диссертации многочисленные проекты и государственные контракты, в рамках которых выполнялась данная работа.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертация состоит из введения, семи глав, выводов, списка литературы, включающего 206 источников, и трех приложений. Во введении дана общая характеристика работы: ее актуальность, основные цели и задачи, научная и практическая значимость полученных результатов, а также положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации представляет собой литературный обзор, в котором детально рассмотрены требования, предъявляемые в настоящее время к высокоэффективному режущему инструменту. Подробно и обстоятельно описаны способы нанесения и типы износостойких карбидных, боридных и нитридных покрытий. На основе серьезного анализа достижений мировой науки сделан важный вывод о том, что достижение необходимого комплекса физико-химических свойств возможно путем разработки нанокomпозиционных покрытий на основе карбонитрида титана и кремния, легированного рядом функциональных элементов. В частности, перспективной является разработка новых видов твердых износостойких наноструктурированных покрытий Ti-Al-Si-C-N и Ti-Cr-Si-C-N с высокой термической стабильностью, оптимизация режимов их нанесения, а также установление связи между структурой и практически важными физико-механическими свойствами. Проведенный аналитический обзор, безусловно, свидетельствует о высокой эрудиции диссертанта и его детальном знакомстве не только с отечественной, но и с иностранной литературой по обсуждаемым проблемам.

Во второй главе содержится информация о методиках осаждения покрытий и методах изучения их структуры и свойств. Важно подчеркнуть, что для увеличения адгезионной прочности поверхность подложек подвергалась предварительному ионному травлению и на ней дополнительно формировался переходный слой путем имплантации ионами титана. Безусловно, оставляет сильное впечатление богатейший арсенал современных и высокоэффективных

методов исследования структуры и свойств анализируемых в диссертации перспективных покрытий: оптическая эмиссионная спектроскопия тлеющего разряда. Рентгенофазовый анализ, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, включая методику прямого атомного разрешения, рентгеновская фотоэлектронная микроскопия, рамановская спектроскопия, измерительный комплекс для изучения механических, трибологических и адгезионных характеристик покрытий. Корректное использование совокупности этих методов явилось залогом надежности и достоверности принципиально новых результатов, полученных в диссертации.

Третья глава содержит результаты экспериментальных исследований структуры покрытий, полученных методом магнетронного распыления СВС мишеней. Изучено влияние температуры подложки и содержания азота в газовой смеси на структуру и свойства Ti-Cr-Si-C-N и Ti-Al-Si-C-N покрытий. Химический состав покрытий соответствует появлению в структуре сложнолегированной ГЦК фазы размером 8-25 нм (Ti-Cr-Si-C-N) и 3-15 нм (Ti-Al-Si-C-N). Установлено, что в покрытиях, содержащих хром, помимо столбчатых кристаллов ГЦК-фазы на основе твердого раствора присутствует аморфная фаза на основе Si-C-N в виде межкристаллитных прослоек толщиной 1-3 нм.

В четвертой главе приведены результаты циклических ударно-динамических испытаний изученных покрытий. Установлено, что разрабатываемые пятикомпонентные покрытия выдержали испытания на воздухе при максимальной нагрузке 1000 Н в течение 10^5 циклов. Показано, что износ в них происходил в основном по механизму пластической деформации, в то время как в исходных Ti-C-N и Ti-Si-C-N покрытиях преобладающим механизмом явилось хрупкое разрушение.

Пятая глава посвящена изучению термической стабильности структуры и свойств изученных покрытий. Детально проанализировано изменение структуры и механических свойств изученных образцов с покрытиями

различного состава в зависимости от температуры вакуумного отжига в интервале 800-1600⁰С. Показано, что покрытие с алюминием обладает высокой термической стабильностью, которая на 50-100⁰ превышает известные мировые аналоги. Сделано заключение, что это связано с уникальной столбчатой структурой покрытия, которое формируется при напылении и сохраняется при отжигах вплоть до 1300⁰С.

В шестой главе изучена жаростойкость исследованных покрытий. Были проанализированы профили распределения элементов по толщине покрытий после окисления на воздухе при 1000⁰С в течение 1 часа. Оксидный слой толщиной 0,7 мкм был неоднородным и представлял собой слоистую структуру оксидов. После отжига при 1100⁰С окисление проходило на всю глубину покрытия.

Седьмая, заключительная глава содержит информацию о проведении успешных сравнительных испытаний концевых твердосплавных фрез и режущих пластин с разработанными покрытиями. В обоих случаях установлено значительное повышение эксплуатационных характеристик фрез и режущих пластин, что, безусловно, свидетельствует о серьезных инновационных перспективах разработанных покрытий.

Наиболее важные научные результаты, полученные в диссертации

1. Предложены новые базовые композиции и оптимальные технологические параметры магнетронного напыления нанокomпозиционных покрытий типа Ti-Cr-Si-C-N и Ti-Al-Si-C-N с высокими механическими, трибологическими и жаростойкими свойствами.

2. Установлено, что высокая термическая стабильность механических свойств (вплоть до 1300⁰С) покрытий может быть связана с нанокomпозиционной столбчатой структурой, в которой формируются столбчатые зерна кристаллической ГЦК-фазы диаметром 10-30 нм, разделенные тонкими аморфными прослойками толщиной 1-3 нм.

3. Показано, что разработанные покрытия обладают высокой жаростойкостью вплоть до 1000°C вследствие формирования на поверхности покрытий плотных оксидных слоев на основе хрома или алюминия.

Обоснованность и достоверность полученных результатов

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом накопленных экспериментальных данных, их корректной статистической обработкой, применением широкого спектра современного экспериментального оборудования и глубоким многоуровневым анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями материаловедения порошковых и композиционных материалов.

Научная ценность и практическая значимость работы

Научная значимость диссертации заключается в создании научных основ для разработки новых износостойких покрытий для режущего инструмента в условиях эксплуатации при высоких температурах и экстремальных режимах механической обработки.

Практическая значимость диссертации заключается в успешном полупромышленном опробовании разработанных высокоэффективных жаростойких покрытий при их эксплуатации на фрезах и режущих пластинах. Разработан лабораторный регламент и зарегистрировано «ноу-хау» на способ и технологию нанесения разработанных многофункциональных покрытий.

Замечания по диссертации

1. В диссертационной работе остался невыясненным ряд вопросов, связанных с аномально высокой термической стабильностью Ti-Al-Si-C-N покрытий с нанокomпозиционной столбчатой структурой. Не совсем понятны выводы диссертанта, сделанные в главе 3 о том, что формирование подобной структуры связано с одновременным ростом двух несмешиваемых

кристаллической и аморфной фаз. Тонкие аморфные прослойки толщиной 1-3 нм являются, скорее, межкристаллитными границами, нежели самостоятельной аморфной фазой, возникающей в процессе напыления.

2. В диссертации были изучены покрытия с постоянной толщиной около 2 мкм. Было бы весьма продуктивным с научной и прикладной точек зрения проварьировать толщину покрытий и проследить в частности за условиями образования столбчатых структур с высокими эксплуатационными характеристиками.

3. В диссертации встречается ряд неточностей:

- а) переход из аморфного состояния в кристаллическое неверно назван «атомным упорядочением» (стр. 136 текста диссертации);
- б) на стр. 9 использован некорректный термин «высокий комплекс свойств»;
- в) в табл. 5 (стр.84) , на рис. 32 (стр. 111) и в ряде других мест по тексту диссертации не указан доверительный интервал измеряемых величин.

Сделанные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей высокой оценки диссертационной работы.

Общее заключение

К.А. Купцовым выполнено серьезное научное исследование по разработке эффективных высокотемпературных покрытий с высокими функциональными свойствами и по установлению структурно-физических закономерностей формирования оптимальных структур, ответственных за высокую термическую стабильность разработанных покрытий. Полученные результаты являются абсолютно новыми, имеют фундаментальное и практическое значение. Они могут быть использованы при выполнении теоретических и прикладных исследований в ряде научных и образовательных организаций России: ИМАШ РАН, ИФПМ СО РАН, ИМЕТ РАН, ВИАМ, ЦНИИЧермет, НИТУ «МИСиС», МГУ, РХТУ, БелГУ и в ряде других научно-образовательных центрах России.

Автореферат и многочисленные публикации правильно и достаточно полно отражают содержание диссертационной работы. Основные результаты диссертации полностью опубликованы в 35 работах, из которых 6 - в научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ. Результаты, представленные в диссертации, неоднократно докладывались и обсуждались на авторитетных отечественных и международных научных конференциях, по результатам работы получено свидетельство «ноу-хау»

Диссертация Купцова Константина Александровича является законченным научным исследованием. По актуальности, достоверности, научно - методическому уровню исследования, научной новизне и значимости полученных результатов диссертация, безусловно, соответствует п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ и п. 3 и 5 паспорта специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы», а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Диссертационная работа К.А. Купцова была заслушана и обсуждена на заседании НТС Института металловедения и физики металлов ФГУП ЦНИИчермет им. И.П. Бардина 2 октября 2015г. (протокол № 10). Текст отзыва ведущей организации был утвержден единогласно.

Зам. председателя НТС ИМФМ,
В.Н.С., К.Т.Н.
тел.: 7(495) 777-93-50
e-mail: admin@sprg.ru
Москва 105005, ул. Радио, 23/9, стр.2



Ковалев Анатолий Иванович

Ученый секретарь НТС ИМФМ,
к.ф.-м.н.



Филиппова Варвара Петровна