

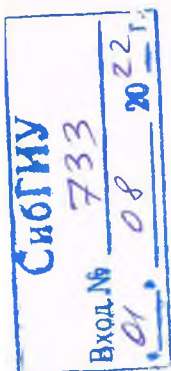
**ОТЗЫВ****официального оппонента**

на диссертационную работу Малушина Николая Николаевича  
«Физические основы комплексной технологии упрочнения теплостойких  
сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота»,  
представленной на соискание ученой степени доктора технических наук  
по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

**Актуальность темы**

Одной из задач в области металлургического и машиностроительного производства является повышение производительности прокатных станов и увеличение производства холоднокатаного металла. Для решения этой задачи необходимо повысить стойкость рабочих валков станов холодной прокатки. Материал рабочих валков станов холодной прокатки и технология их изготовления должны обеспечивать длительную работу валков с сохранением высокого качества поверхности проката. Комплекс высоких требований, предъявляемых к валкам холодной прокатки, относится преимущественно к активному слою валков, а свойства сердцевины валка не оказывают решающего влияния на его эксплуатационные свойства. Валки должны иметь поверхностный слой достаточной толщины с твердостью 95 – 102 HSh (62 – 64 HRC), низкую шероховатость поверхности после обработки и благоприятное распределение внутренних напряжений в поверхностном слое. В диссертационной работе Малушина Н.Н. на основе проведенных исследований предложен комплекс технологических приемов поверхностного упрочнения и модификации поверхностного слоя валков холодной прокатки и других ответственных деталей и узлов оборудования металлургического производства, обеспечивающих повышение ресурса их работы по сравнению с традиционными методами наплавки и последующей термической обработки.

При наплавке по традиционной технологии образуются холодные трещины, для предотвращения которых обязательно применяют предварительный и сопутствующий высокотемпературный подогрев и замедленное охлаждение деталей. В итоге наплавленные детали имеют неравномерную и низкую твердость и износостойкость, а высокие служебные характеристики высоколегированных теплостойких сплавов используются не полностью. Для восстановления высокой твердости и износостойкости детали после наплавки подвергают сложной термической обработке, проведение которой для многих деталей затруднено или невозможно. Поэтому актуальным является поиск способов наплавки, позволяющих получать наплавленные теплостойкие сплавы высокой твердости в закаленном состоянии без трещин, пор и дефектов макро- и микроструктуры. Для этого требуется проведение теоретических и экспериментальных исследований физических основ и механизмов упрочнения поверхностных слоев из теплостойких сплавов. Анализ способов упрочнения валков,



проведенный в работе Малушина Н.Н. показал, что основой этих комплексных способов может стать использование плазменной наплавки порошковыми проволоками в защитно - легирующей среде азота, которые обеспечивают наплавленный металл типа теплостойких сплавов высокой твердости.

В работе Малушина Н.Н. поставлена и решена проблема получения наплавленного металла в закаленном состоянии без трещин. Для повышения твердости и износостойкости наплавленного рабочего слоя предложено дополнительно использовать комплексные технологии: термообработку после наплавки, азотирование, упрочняющую поверхностную ультразвуковую обработку (УПУО) и рекристаллизационный отжиг в процессе эксплуатации изделия. Теоретические и экспериментальные исследования материала на каждой из стадий формирования конечного высокопрочного состояния являются актуальными с точки зрения современной физики конденсированного состояния и важны в прикладном отношении, поскольку помогают выявить роль каждого из технологических процессов в упрочнении наплавленных деталей.

### **Научная новизна и практическая значимость**

Теоретическая значимость полученных в работе Малушина Н.Н. результатов заключается в разработке физических основ формирования структуры и свойств наплавленных в защитно-легирующей среде азота теплостойких сплавов в закаленном состоянии без трещин, пор и дефектов макро и микроструктуры.

#### *Научная новизна работы:*

1. Современными методами физического материаловедения проведены исследования структуры и фазового состава, распределения твердости и микротвердости в различных зонах поверхностного слоя, сформированного плазменной наплавкой в среде азота. Установлено, что в наплавленных теплостойких сплавах основными фазами являются твердый раствор  $\alpha$ -железа, карбиды и карбонитриды на основе железа, вольфрама, хрома, молибдена, алюминия. Высокотемпературный отпуск наплавленных сплавов приводит к изменению фазового состава, параметров кристаллической решетки фаз, размеров блоков когерентного рассеяния и изменению внутренних упругих напряжений.
2. Установлено, что основное повышение твердости (52 – 57 HRC) обеспечивает плазменная наплавка теплостойкими сплавами высокой твердости в среде азота, дополнительное упрочнение (8 – 10 HRC) в основном происходит в процессе высокотемпературного отпуска, азотирование и ультразвуковая обработка увеличивают твердость наплавленного сплава на 1 – 2 HRC каждая.
3. Впервые установлено проявление эффекта повышенной пластичности («сверхпластичности») при многослойной плазменной наплавке теплостойких сплавов за счет мартенситного превращения и доказана возможность его применения для регулирования напряженного состояния в процессе многослойной наплавки.



4. Установлена физическая природа высоких эксплуатационных свойств наплавленного слоя, которые обеспечиваются мелкозернистой структурой, содержащей твердый раствор на основе  $\alpha$ -железа, карбида и карбонитриды, отсутствием макро- и микродефектов и благоприятным напряженным состоянием наплавленного слоя.
5. Доказано, что напряженное состояние наплавленных деталей в процессе изготовления регулируется в процессе наплавки по термическому циклу с применением эффекта сверхпластичности, а в процессе эксплуатации – рекристаллизационным отжигом. Регулирование напряженного состояния в процессе проектирования, изготовления и эксплуатации наплавленных валков позволяет значительно повысить ресурс их работы.

*Практическая значимость работы Малушина Н.Н. заключается в том, что на их основе:*

1. Разработаны и реализованы способы многослойной плазменной наплавки теплостойкими сплавами высокой твердости в среде азота, обеспечивающие получение наплавленных сплавов в закаленном состоянии с низкой склонностью к образованию холодных трещин при высоком качестве наплавленного слоя;
2. Разработаны порошковые проволоки для плазменной наплавки в защитно – легирующей среде азота, которые обеспечивают получение наплавленного слоя из теплостойких сплавов высокой твердости различного химического состава и эксплуатационных свойств;
3. Разработаны способы регулирования напряженного состояния в наплавленных деталях на всех этапах их жизненного цикла;
4. Предложен комплекс технических решений, позволяющий реализовать разработанные способы многослойной плазменной наплавки;
5. Разработана комплексная технология упрочнения прокатных валков, включающая следующие операции: базовая технология изготовления вала – плазменная наплавка теплостойкими сплавами; дополнительные операции – высокотемпературный отпуск после наплавки, УПУО или азотирование после чистовой шлифовки, рекристаллизационный отжиг в процессе эксплуатации изделия, восстановительная наплавка изношенного слоя;

Результаты теоретических и экспериментальных исследований явились физической основой для разработки новых технических и технологических решений, использование которых на Ленинградском сталепрокатном заводе, заводе «Кулон» НПО «Позитрон», Новосибирском металлургическом заводе, Западно-Сибирском металлургическом комбинате, ООО «Вест 2002» и разрезе «Бунгурский-Северный» обеспечило повышение стойкости наплавленных деталей в 1,5 – 2,0 раза. Результаты работы внедрены в производство со значительным экономическим эффектом, что подтверждается актами внедрения.

Результаты работы используются в учебном процессе ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет» при подготовке бакалавров, магистрантов и аспирантов по направлениям подготовки 22.03.01

«Материаловедение и технологии материалов» и 03.06.01 «Физика и астрономия».

Научные результаты, полученные в работе Малушина Н.Н., могут быть использованы в фундаментальных и прикладных научных исследованиях, проводимых в научных учреждениях и образовательных организациях таких, как Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Кузбасский государственный технический университет им. Т.Ф. Горбачева, Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Институт проблем машиноведения РАН, Институт физики твердого тела РАН, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Институт металловедения и физики металлов им. Г.В. Кюрдюмова, ЦНИИ черной металлургии им. И.П. Бардина, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Самарский национальный исследовательский университет им. С.П. Королева. Результаты работы можно рекомендовать для использования в курсах лекций и при подготовке курсовых и выпускных работ подготовки бакалавров, магистрантов и аспирантов по направлениям «Материаловедение и технологии материалов» и «Физика и астрономия».

### **Анализ содержания диссертации**

Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения, списка литературы из 396 наименований и 6 приложений. Содержит 289 страниц машинописного текста, включая 69 рисунков и 16 таблиц.

*Во введении* обоснована актуальность исследования, поставлена цель и задачи исследования, сформулированы научная новизна и практическая значимость работы, приведены положения, выносимые на защиту.

*В первой обзорной главе*, на основании литературных данных показано, что физическая природа упрочнения наплавленного металла определяется его структурно – фазовым и напряженным состояниями. Для упрочнения деталей, работающих в условиях абразивного износа и высоких температур, широко применяются наплавочные материалы, разработанные на основе теплостойких сталей высокой твердости, типичными представителями которых являются стали 3Х2В8 и Р18. Теплостойкие стали выбраны в качестве базовых для разработки и исследования наплавочных материалов для новых способов наплавки.

Проведен анализ традиционной технологии наплавки теплостойкими сплавами и показано, что эта технология, направленная на преодоление основной трудности при наплавке (образование холодных трещин) по принципу уменьшения скорости охлаждения наплавленного металла, трудоемка и недостаточно эффективна.

Высказано предположение, что новым и перспективным способом борьбы с трещинами в процессе наплавки и охлаждения наплавленного изделия может явиться использование эффекта повышенной пластичности (сверхпластичности) в момент протекания мартенситного превращения.



Наплавленный теплостойкий сплав обладает высокой твердостью, что затрудняет механическую обработку детали. Для ряда деталей механическая обработка может быть сведена к чистовой шлифовке рабочей поверхности. К таким деталям относятся рабочие валки станов холодной прокатки, которые и выбраны в качестве объекта для исследований. Анализ рассмотренных способов упрочнения валков показал, что использование наплавки – наиболее приемлемый способ упрочнения валков.

В конце обзорной главы сформулирована цель и определены задачи исследования.

*Во второй главе* обоснована целесообразность использования плазменной наплавки для нанесения твердых и износостойких покрытий на ответственные детали современной техники. Для упрочнения активного слоя деталей разработан технологический процесс плазменной наплавки на обратной полярности нетоковедущей порошковой проволокой и оборудование для его реализации. Для плазменной наплавки в защитно – легирующей среде азота разработаны порошковые проволоки, обеспечивающие получение наплавленного металла типа теплостойких сплавов высокой твердости таких, как P18, P6M5, P2M9 и др.

В работе предложен алгоритм комплексного обеспечения качества наплавленных прокатных валков, построенный на основе причинно – следственной диаграммы Исикавы. Улучшить свойства наплавленного высоколегированного сплава, а также обеспечить благоприятное напряженное состояние позволяет применение дополнительно после наплавки высокотемпературного отпуска и ультразвуковой упрочняющей обработки (УПУО) или азотирования. Резервом повышения ресурса работы наплавленных деталей является применение рекристаллизационного отжига в процессе эксплуатации изделия.

*В третьей главе* рассмотрены физические основы способов многослойной наплавки теплостойкими сплавами и исследованы основные параметры их термических циклов. Анализ существующих предпосылок позволил выработать требования к "идеальному" термическому циклу наплавки и обосновать способы многослойной наплавки теплостойкими сплавами высокой твердости, в которых для предотвращения образования холодных трещин предложено использовать эффект повышенной пластичности в момент протекания мартенситного превращения.

Исследовано проявление эффекта повышенной пластичности (сверхпластичности) в теплостойком наплавленном металле и возможность его применения для регулирования уровня временных напряжений. Показано, что при охлаждении образцов из теплостойкого сплава наблюдается эффект повышенной пластичности при фазовом превращении, который проявляется в снижении временных напряжений в мартенситном интервале. Релаксация напряжений в интервале температур мартенситного превращения происходит в результате объемных изменений при  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении, дополнительных линейных изменений в направлении действия напряжений вследствие образования текстурированного мартенсита и приводит к повышенной пластичности сплава в момент превращения. В работе доказана определяющая роль сверхпластичного состояния в релаксации временных напряжений в образцах

из теплостойких сплавов высокой твердости. Исследования эффекта сверхпластичности показали, что величина остаточных напряжений зависит от температур мартенситного превращения, от степени легирования твердого раствора и связана с кинетикой процесса.

Исследовано влияние комплексного легирования на формирование временных напряжений в наплавленном металле и показано, что совместное легирование углеродом, хромом, вольфрамом, алюминием и азотом приводит к значительному измельчению мартенситной фазы. Показано, что наиболее низкий уровень остаточных напряжений наблюдается у наплавленного сплава Р18Ю, дополнительно легированного 1 % алюминия, 0,080 % азота и 1 % никеля. Определены точки начала мартенситного превращения и рекомендован интервал температур подогрева наплаваемого изделия (230 – 280 °С).

*В четвертой главе* проведено исследование структурно – фазового состояния поверхностного слоя наплавленных теплостойких сплавов методами растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа наплавленных сплавов с целью выявления структуры, обеспечивающей получение высокой твердости и износостойкости. Установлено, что многослойная плазменная наплавка в среде азота приводит к неравномерности распределения твердости и микротвердости по сечению наплавленного слоя.

Установлено, что все наплавленные сплавы в исходном состоянии имеют в своем составе твердый раствор на основе  $\alpha$  – железа и соединения  $\text{Fe}_4\text{W}_2\text{N}$ ,  $\text{FeWN}_2$  и  $\text{Fe}_4\text{W}_2\text{C}$ . После наплавки и последующего высокотемпературного отпуска (560 – 580 °С) основной фазой, наряду с твердым раствором  $\alpha$  – железа является сложный карбид, в состав которого входят хром, алюминий, вольфрам, имеющий формулу  $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Al}, \text{W})_6\text{C}$ . Также присутствует карбонитрид  $\text{Fe}_6\text{W}_6\text{NC}$ .

При исследовании структурно – фазового состояния наплавленного металла и зоны сплавления методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) и микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) установлено, что в сплавах после наплавки и наплавки с последующим высокотемпературным отпуском наблюдается равномерное распределение всех легирующих элементов (C, N, Al, Si, V, Cr, Fe, Mo, W) по сечению наплавленного слоя.

*В пятой главе* проведено исследование напряженного состояния в наплавленных валках и влияния дополнительных упрочняющих факторов на свойства наплавленных теплостойких сплавов высокой твердости. Для определения величины и характера распределения остаточных напряжений в наплавленных рабочих валках холодной прокатки с высокой твердостью активного слоя (55 – 64 HRC) в работе использован усовершенствованный метод канавки, наносимой электроэрозионной резкой медным пластинчатым электродом, при этом диски для исследований из наплавленного валка вырезаются анодно-механической резкой.

Методом рентгеноструктурного анализа определены характеристики напряженного состояния наплавленного в среде азота теплостойкого сплава Р18Ю после наплавки и наплавки с отпуском. Показано что, напряженное состояние в наплавленных валках более благоприятно для их работоспособности, чем изготовленных по традиционной технологии. На основе результатов исследований предложены способы повышения



стойкости наплавленных рабочих валков холодной прокатки путем регулирования в них напряженного состояния в процессе изготовления и эксплуатации.

Проведенные исследования показали возможность получения благоприятной эпюры остаточных напряжений, увеличения твердости и микротвердости поверхности обработанных ультразвуком сплавов, получения оптимальной микроструктуры поверхностного слоя наплавленного металла. Показано, что процесс газового азотирования может быть использован для повышения твердости и коррозионной стойкости.

В шестой главе приведены примеры использования предложенного алгоритма повышения качества наплавленных деталей для решения конкретных инженерных задач. Результаты теоретических и экспериментальных исследований явились физической основой для разработки новых технических и технологических решений, использование которых на Ленинградском сталепрокатном заводе, заводе «Кулон» НПО «Позитрон», Новосибирском металлургическом заводе, Западно – Сибирском металлургическом комбинате, ООО «Вест 2002» и разрезе «Бунгурский – Северный» обеспечило повышение стойкости наплавленных деталей в 1,5 – 2,0 раза.

Предложена и реализована схема комплексных технологий упрочнения деталей: плазменная наплавка; термообработка после наплавки в виде высокотемпературного отпуска; азотирование наплавленного слоя или ультразвуковая поверхностная упрочняющая обработка; отжиг в процессе эксплуатации изделия, восстановительная наплавка изношенного слоя.

В заключении сформулированы основные выводы по работе. В конце диссертации приведены *список литературы и приложения*. Приложения содержит 6 актов по использованию разработанных в диссертации материалов на предприятиях страны и в учебном процессе.

### **Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений**

Основные положения и выводы диссертационного исследования базируются на многолетних исследованиях автора по установлению физических основ комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости и износостойкости, сформированных плазменной наплавкой в среде азота.

Достоверность полученных результатов подтверждаются большим объемом экспериментального материала, полученного с применением современных методов физического материаловедения, корректным использованием математических и статистических методов; согласованным сравнительным анализом аналитических и экспериментальных результатов и зависимостей; сопоставлением полученных экспериментальных результатов с данными других исследователей; соответствием их известным теоретическим представлениям физики прочности; эффективностью предложенных технических и технологических решений, подтвержденных результатами промышленных испытаний и внедрением в производство. Достоверность и новизна техниче-

ских решений подтверждена 15 охранными документами на объекты интеллектуальной собственности.

Результаты работы соответствуют поставленным целям и задачам исследования. Все сформулированные в работе научные положения, выводы и рекомендации имеют достаточное обоснование. Научные результаты, выносимые на защиту, получены лично автором Малушиным Н.Н.

### **Апробация работы и публикации**

Результаты работы неоднократно докладывались на всероссийских и международных конференциях. Материалы диссертации полно опубликованы в периодических изданиях, материалах конференций и монографиях, в том числе: 29 статей в рецензируемых научных журналах, входящих в Перечень, рекомендованный ВАК РФ для публикации результатов диссертационных исследований, 13 статей в журналах, включенных в международные базы цитирования Scopus и Web of Science, в трех монографиях, двух учебных пособиях, а также в 15 охранных документах на объекты интеллектуальной собственности, остальные публикации – в трудах всероссийских и международных конференций и других научных мероприятий.

### **Соответствие диссертации паспорту специальности**

По своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне диссертационная работа соответствует специальности 01.04.07. – физика конденсированного состояния по пункту 6. «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами» и пункту п. 7. «Технические и технологические приложения физики конденсированного состояния» паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

### **Замечания по работе**

В качестве замечаний по диссертационной работе можно отметить следующее:

1. Название диссертации не полностью отражает основное содержание диссертации, конечной практической целью которой является разработка способов повышения качества и ресурса работы валков холодной прокатки.
2. В диссертации, к сожалению, отсутствуют исследования структуры методами просвечивающей электронной микроскопии, которые повысили бы качество работы, представленной к защите по специальности 01.04.07 «Физика конденсированного состояния».
3. Не полностью раскрыт на физическом уровне механизм повышенной пластичности (сверхпластичности) в наплавленном теплостойком металле, применяемый для регулирования напряженного состояния в процессе наплавки. Следовало бы обсудить особенности проявления



этого ранее обнаруженного эффекта применительно к наплавкам теплостойкими сплавами.

4. В работе высокая износостойкость наплавленного слоя подтверждена только актами промышленных испытаний и исследованиями на лабораторной установке для ускоренных испытания деталей тел вращения на износостойкость и контактную прочность. Как известно, наплавленные детали в процессе эксплуатации подвергаются и абразивному износу. Было бы желательно привести экспериментальные данные по этому виду износа.
5. Для лучшего понимания значения и соответствия охранных документов целям и задачам работы следовало бы в приложениях привести более подробные сведения о патентах, соавтором которых является соискатель (формулы или описания изобретений).

Кроме указанных выше недостатков и замечаний к работе по существу имеются замечания по тексту и оформлению диссертации, которые затрудняют понимание представленных результатов:

- Нет схемы поясняющей суть метода канавки для определения величины и распределения напряжений;
- Нет графиков, иллюстрирующих влияние ультразвуковой обработки на напряжения;
- По гистограммам, напечатанных в оттенках серого на рисунках 3.24 и 5.7. трудно различить принадлежность отдельных столбцов. Следовало бы либо напечатать гистограммы в цвете, либо применить дополнительное обозначение столбцов, например штриховкой.
- На рисунках 4.10 – 4.12 отсутствуют масштабные линейки.
- Недостаточно информативные подписи к некоторым рисункам (например, 6.2). Поэтому приходится искать эту информацию в тексте.

Несмотря на высказанные замечания, которые носят рекомендательный характер, можно констатировать, что диссертация Малушина Н.Н. заслуживает положительной оценки, а сделанные замечания не снижают научной и практической ценности работы, не затрагивают её основных положений и выводов, не влияют на достоверность полученных результатов.

### Заключение

Диссертация «Физические основы комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота», представляемая на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния Малушиным Николаем Николаевичем, соответствует пункту 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (постановление Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 с изменениями (постановления Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 г. № 335 «О внесении изменений в Положение о присуждении ученых степеней» и постановление Правительства Российской Федерации от 20.03.2021 г. № 426 «О внесении изменений в Положение

о присуждении ученых степеней»). Она является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена научная проблема установления физических основ комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота, имеющая важное хозяйственное значение.

Автореферат и основные публикации полностью отражают содержание диссертации. Текст диссертации изложен последовательно и имеет внутреннюю логическую структуру.

На основании вышеизложенного, считаю, представленная работа соответствует всем требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям, а автор диссертации Малушин Николай Николаевич заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Я, Прибытков Геннадий Андреевич даю свое согласие на включение моих персональных данных в аттестационное дело Н.Н. Малушина и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент

Доктор технических наук, специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, доцент, главный научный сотрудник ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН» лаборатория физики консолидации порошковых материалов  
Адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4;  
Телефон (3822) 49-18-81  
Электронная почта [root@ispms.tomsk.ru](mailto:root@ispms.tomsk.ru)  
<http://www.ispms.ru>

Прибытков  
Геннадий  
Андреевич

Дата подписания отзыва « 7 » июня 2022 г.

Подпись Прибыткова Г.А. удостоверяю

И.О. Ученого секретаря ИФМ СО РАН к.т.н.



Бочкарева А.В.