

ОТЗЫВ

официального оппонента Яресько С.И. на диссертацию Осколковой Татьяны Николаевны «Развитие теоретических и технологических основ повышения износостойкости карбидовольфрамовых твердых сплавов с использованием поверхностного упрочнения концентрированными потоками энергии и объемной термической обработки», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности:
05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертация состоит из введения, семи разделов, выводов, списка использованных источников из 330 наименований и одиннадцати приложений. Основная часть работы выполнена на 258 страницах, включая 110 рисунков и 15 таблиц.

1. Актуальность темы диссертационного исследования

Тема диссертационной работы Осколковой Т.Н. отвечает важной проблеме – обеспечению повышения износостойкости металлообрабатывающего вольфрамокобальтового твердосплавного инструмента широкого назначения на основе использования технологий физико-химических методов упрочнения и объемной термической обработки. Широкое применение новых конструкционных материалов с особыми физико-механическими свойствами, в том числе жаропрочных и жаростойких сталей и сплавов и композиционных материалов, существенное расширение сферы применения твердосплавного инструмента, непрерывно растущие требования к производительности процесса механической обработки, необходимость снижения интенсивности изнашивания металло- и пороодообрабатывающего инструмента, повышения стабильности его характеристик определяют потребность в совершенствовании существующих и разработке новых технологий упрочняющей обработки для повышения работоспособности твердосплавного инструмента.

Перспективность применения упрочняющих методов термической и физико-химической обработки твердосплавного инструмента, в том числе и дуплекс технологий, подтверждена многочисленными положительными результатами испытаний. Однако опыт разработки и внедрения процессов упрочнения свидетельствует, что имеющиеся успехи в этой области не снимают проблемы повышения эксплуатационных характеристик твердосплавного инструмента, проведенные исследования в полном объеме не решают проблему выбора оптимальных режимов упрочнения металло- и пороодообрабатывающего инструмента для получения заданных эксплуатационных характеристик. Проблема

становится особенно актуальной при расширении номенклатуры твердосплавных инструментальных материалов и спектра их применений. С этой точки зрения распространение, совершенствование и оптимизация методов термической и физико-химической упрочняющей обработки твердых сплавов группы ВК заслуживает несомненного одобрения и определяет актуальность диссертационной работы.

В диссертационной работе Осколковой Т.Н. использованы современные методы физического металловедения и триботехники, что позволило автору достаточно подробно в рамках достижения поставленной цели исследовать структуру, фазовый состав и износные характеристики упрочненных твердых сплавов. При этом были также разработаны представления о механизмах упрочнения и изнашивания твердых сплавов группы ВК.

Диссертационная работа выполнялась в соответствии с основными задачами Государственной программы «Развитие науки и технологий на 2013-2020 годы», Государственного задания Минобрнауки РФ и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы», направленной на проведение фундаментальных и прикладных исследований в области естественных и технических наук. Это также отражает ее актуальность в части разработки инновационных технологических процессов повышения эксплуатационных характеристик металлообрабатывающего инструмента (в том числе и твердосплавного) и совершенствования научно-производственной базы, обеспечивающей проведение комплексных диагностических исследований свойств и характеристик материалов.

2. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций

Научные положения, выводы и рекомендации обоснованы автором в достаточной степени. Они базируются на корректном применении экспериментальных методов физического металловедения и анализа поверхности (рентгенофазового анализа, металлографии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, микроанализа, фрактографии, скретч тестов и пр.), триботехники, механических испытаний, апробированного в науке и технике математического аппарата теории теплопроводности.

Автором выполнены экспериментальные исследования влияния охлаждающей способности водных растворов ряда полимерных сред на структуру и свойства твердого сплава. Сделанные в заключение 3^{ей} главы выводы подтверждаются результатами энергодисперсионного анализа кобальтовой связующей термообработанных твердых сплавов, металлофизическими исследованиями

структуры сплавов после ТО, результатами фрактографического анализа и износных испытаний. Таким образом, автор получил обоснованные выводы по закалке среднекобальтовых твердых сплавов группы ВК в полимерных средах. Выполненные эксперименты показали целесообразность ТО с использованием в качестве охлаждающей среды водных растворов полимеров ПК-М, Брексо Термо А, Термовит М для упрочнения твердых сплавов группы ВК в производственных условиях и послужили основой для разработки технологии упрочнения инструмента (повышение стойкости штампового и горно-режущего инструмента подтверждено актами производственных испытаний).

При исследовании перспектив применения ионно-плазменного $\text{TiN}+\text{ZrN}$ покрытия и электроэрозионного упрочнения легированием твердых сплавов группы ВК автор использовал экспериментальные методы электронной микроскопии (SEM-анализ), рентгеноструктурного анализа, данные дюрометрии и испытаний на износ. Это позволило ему достоверно ответить на вопрос о возможности использования данного метода модификации поверхности для достижения регламентированных характеристик и свойств поверхности сплавов.

В главах, посвященных применению электровзрывного легирования для повышения износных и стойкостных характеристик вольфрамкобальтовых твердых сплавов, примененный комплекс диагностических методов (металлография, электронная микроскопия, фрактография, дюрометрия, износные и стойкостные испытания) позволил рекомендовать как однокомпонентную, так и многокомпонентную электровзрывную обработку в качестве эффективного метода упрочнения сплавов.

Результаты, полученные с использованием современных методов физического материаловедения и анализа поверхности, не вызывают сомнений. Выводы и рекомендации подтверждены натурными экспериментами по изучению процесса изнашивания твердых сплавов и производственными испытаниями упрочненного инструмента, изготовленного на их основе.

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, следующих из экспериментальных данных по изучению структуры, фазового состава и свойств сплавов, доказана корректным применением апробированных методов испытаний. Выводы диссертационной работы не противоречат известным результатам по применению упрочняющих технологий (например, объемной термообработки, химико-термической, лазерной обработки твердых сплавов).

Все научные положения, выводы и рекомендации, изложенные в диссертационной работе, подтверждены публикациями в ведущих по данной научной специальности рецензируемых журналах: «Известия вузов. Черная металлур-

гия», «Материаловедение», «Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия», «Упрочняющие технологии и покрытия», «Технология металлов», «Заготовительные производства в машиностроении» и др.

Практической реализацией разработок автора стали разработанные технологии объемной термообработки с охлаждением в полимерных средах, модификации поверхности сплавов путем создания ионно-плазменных покрытий, электроэрозионного и электровзрывного легирования и внедрение их в производство. Это доказывает обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сделанных автором в диссертационном исследовании.

3. Оценка новизны и достоверности

Диссертационная работа содержит совокупность новых научных положений, которые систематизированы в диссертации и автореферате в виде перечня основных результатов и выводов по диссертационной работе. Достоверность этих результатов подтверждается реализацией разработанных рекомендаций по применению, как технологии объемной термической обработки, так и поверхностных методов модификации твердосплавного инструмента в производственных условиях, значительным объемом экспериментальных данных, использованием современных апробированных методик анализа материалов и эксплуатационных свойств твердых сплавов, корректностью обработки результатов экспериментальных исследований, результатами производственных испытаний упрочненного инструмента.

Согласно тексту диссертации и автореферата новизна наиболее важных научных результатов, полученных в работе, состоит в следующем:

1. Обоснованы механизм и закономерности структурообразования сверхтвёрдых ионно-плазменных $\text{TiN}+\text{ZrN}$ покрытий на вольфрамокобальтовых твёрдых сплавах ВК10КС и ВК8. Установлено, что дополнительное легирование цирконием ионно-плазменного покрытия TiN приводит к повышению нанотвёрдости на 23 %, модуля Юнга на 67 %, снижению коэффициента трения по сравнению с исходным (спечённым) состоянием твёрдого сплава в 5,9 раз. Установленные закономерности изменения износных характеристик покрытий (коэффициент трения, адгезионная прочность) согласуются с атомно-энергетической концепцией В.Ф. Моисеева, согласно которой меньшую интенсивность износа обеспечивают нитриды металлов IV группы периодической таблицы.

2. Установлен механизм формирования структуры и фазового состава двухслойных твёрдосплавных пластин (поверхностный слой ВК6-ОМ + основа ВК10КС), полученных способом электроэрозионного упрочнения легировани-

ем. Показано, что повышение износостойкости твёрдосплавных пластин связано с образованием на их поверхности полукарбида вольфрама W_2C , характеризующегося более высокой твёрдостью и износостойкостью по сравнению с монокарбидом вольфрама WC .

3. Получены новые данные о структурно-фазовом составе и свойствах поверхности сплава ВК10КС, сформированной в неравновесных условиях одно- и многокомпонентного электровзрывного легирования при различных режимах энергетического воздействия. Установлено, что наибольший эффект упрочнения поверхности твёрдого сплава наблюдается при использовании высокоэнергетического ($6,0 \text{ ГВт/м}^2$) режима обработки при всех типах взрывааемых проводников и связан с измельчением структурных составляющих в поверхностных слоях и формированием высокотвёрдых фаз, состоящих из элементов основного материала и взрывааемых проводников – W_2C , TiC , Al_2O_3 , SiC , Ti_2B . Максимальный эффект упрочнения поверхности твёрдого сплава наблюдается при однокомпонентном электровзрывном легировании титаном, а при многокомпонентном – титаном и бором.

4. Установлены закономерности формирования структуры среднекобальтового твёрдого сплава группы ВК при ТО в водополимерных средах ПК-М, Брексо Термо А, Термовит М, обусловленные дополнительным растворением вольфрама и углерода в кобальтовой связующей с ГЦК решёткой, ее стабилизацией и увеличением дисперсности карбидной фазы и изменением ее морфологии. Предложенное объяснение не противоречит известным механизмам повышения прочности и стойкости твердых сплавов после объемной ТО с охлаждением в масло и лазерной импульсной термообработки сплавов группы ВК.

5. Разработана математическая модель, описывающая процесс обработки твёрдого сплава импульсом энергии при электровзрывном легировании. Получено теоретическое подтверждение экспериментально установленного факта структурообразования в поверхностном слое в существенно неравновесных условиях.

Научная новизна перечисленных выше результатов подтверждается патентами РФ (9 патентов за период 2007-2011 гг.) и публикациями в рецензируемых журналах по данной специальности (всего 70 публикаций, включая 25 статей из Перечня ВАК и 9 статей, в журналах, индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science). Результаты работы, в том числе и представляющие ее научную новизну, неоднократно обсуждались на различных конференциях (26 научных мероприятий) и получили одобрение ведущих специалистов.

4. Практическая значимость результатов работы

Практическая ценность диссертационного исследования Осколковой Т.Н. определяется следующими результатами:

1. Впервые предложена и реализована технология создания «слоистой» градиентной твердосплавной структуры, включающей более прочный среднекобальтовый твердый сплав в качестве основного материала и покрытие из низкокобальтового более износостойкого твердого сплава, нанесенного методом электроэрозионного упрочнения легированием. На примере композиции ВК10КС и ВК6ОМ показано, что разработанная технология упрочнения обеспечивает повышение поверхностной твердости и снижение коэффициента трения. Повышение износостойкости сплава в целом в 2 раза является резервом роста эксплуатационной стойкости бурового инструмента.

2. Разработаны технологии упрочняющей обработки твердых сплавов группы ВК, основанные на однокомпонентном и многокомпонентном электро-взрывном легировании углеродом, алюминием и титаном, а также в совокупности с карбидами кремния и бора. При этом достигается рост поверхностной нано-твердости в 1,4-2,3 раза и снижение коэффициента трения в 1,7-4,1 раза в зависимости от легирующих элементов и режимов упрочнения.

3. Разработана технология закалки вольфрамкобальтового твердого сплава ВК10КС с охлаждением в водополимерных средах ПК-М, Бреокс Термо А, Термовит М, обеспечивающая повышение прочностных характеристик упрочненных сплавов (предела прочности на изгиб, твердости) и снижение износа при трибоиспытаниях.

4. Предложены новые технические решения по реализации технологии упрочняющей обработки твердых сплавов группы ВК и инструмента (бурового, горно-режущего, штампового, волочильного), изготовленного на их основе, защищенные патентами Российской Федерации (9 патентов).

5. Согласно актам внедрения и результатам производственных испытаний достигнута высокая работоспособность

- твердосплавного штампового инструмента после электроэрозионного упрочнения легированием (стойкость инструмента повысилась в 3-4 раза),
- режущего и штампового инструмента после нанесения ионно-плазменного покрытия TiZrN (увеличение скорости резания в 2-4 раза и срока эксплуатации резцов в 2-3 раза, стойкости штампов в 5-6 раз),
- горно-режущего инструмента, оснащенного вольфрамкобальтовым твердым сплавом после термообработки (увеличение средней скорости проходки на 8-10 % и срока службы на 25-30 %).

5. Соответствие содержания автореферата основным положениям диссертации

Основные положения диссертационной работы с достаточной полнотой отражены в автореферате. Он содержит все научные положения, изложенные в диссертации, и раскрывает ее сущность.

6. Общие замечания по диссертационной работе

По диссертационной работе Осколковой Т.Н. можно сделать следующие замечания:

1. Все экспериментальные данные получены для сплавов ВК10КС, ВК8. Вопрос насколько правомерно и можно ли вообще распространить полученные результаты на другие марки твердых сплавов группы ВК остается открытым? Возможно ли *обобщение* сделанных выводов и рекомендаций по механизмам структурообразования на более широкий класс материалов, насколько возможно прогнозирование их свойств и характеристик?

2. Представленные результаты испытаний на износ закаленных твердых сплавов (результаты трибоиспытаний) практически по всем методам упрочняющей обработки не позволяют с достаточной степенью полноты проанализировать возможности ее применения в производственных условиях по следующим причинам:

- для сплавов закаленных в водополимерных средах (стр. 135): не приведены данные по методике проведения трибоиспытаний (не указаны контртело, схема нагружения, условия проведения испытаний и т.п.);

- для сплавов после нанесения ионно-плазменного покрытия (стр. 145), электроэрозионного упрочнения легированием (стр. 160), однокомпонентного электровзрывного легирования (стр. 176, 189, 203) и т.д. трибоиспытания проведены при нагрузке 3 Н. Какие при этом возникают давления в зоне контакта? Возможно ли *масштабирование* на реальные нагрузки? Результаты испытаний носят чисто научный характер. Автор не дает пояснений, каким образом можно использовать полученные результаты для практического применения.

Отсутствие указанных сведений делает затруднительным формулировку утверждения о возможности повышения износных характеристик материалов в реальных условиях эксплуатации, в широком спектре условий их применения.

3. В единственном случае (стр. 127), при рассмотрении процесса закалки в водополимерных средах автор приводит данные об изменении параметра кристаллической решетки Со-фазы (3.552 \AA – в исходном состоянии и 3.574 \AA – после закалки – в какой водополимерной среде?), при этом не указывает ни

способ, ни условия ее определения. На возможность определения содержания карбидной фазы в Со-твердом растворе рентгенографически указано в монографиях Горбачевой Т.Б. (1985) и Третьякова В.И. (1976). Не понятно, по какой причине автор не принимает во внимание результаты этих исследований. Почему, проведя измерения параметра решетки Со-фазы для одного метода упрочнения, не были сделаны аналогичные измерения для остальных способов упрочняющей обработки.

4. Согласно данным Самсонова Г.В. («Карбиды вольфрама», 1974) монокарбид вольфрама перитектически разлагается по реакции $2WC \rightleftharpoons W_2C + C$. Об этом же говорит и автор (стр. 112: «... данная фаза (W_2C) формируется ... после оплавления поверхностного слоя...»), однако при анализе процесса электроэрозионного упрочнения легированием, констатируя (стр. 158, 159) обнаружение в поверхностном слое карбида W_2C после ЭЭУЛ, автор не приводит механизм его образования.

Аналогично, при низкоэнергетическом однокомпонентном ЭВУ углеродом сплава ВК10КС, автор отмечает (стр. 168), что в зоне импульсного плазменного воздействия происходит насыщение цементирующей связки карбидами WC и W_2C , и при этом «*видимых* изменений структуры твердого сплава не выявлено». Возникает опять вопрос о механизме образования полукарбида вольфрама W_2C и для этого способа упрочнения.

5. При анализе зоны упрочнения при ЭВУ титаном сплава ВК10КС (стр. 201) автор утверждает, что перераспределение частиц карбида вольфрама WC с исходными размерами из глубины расплава к поверхности происходит по механизму сдвиговой неустойчивости Кельвина-Гельмгольца. Вопрос: почему автором была принята именно эта гипотеза, объяснить полученные экспериментально результаты также можно, приняв в качестве рабочей гипотезы наличие в расплаве потоков Марангони.

6. Как известно эффект от применения упрочняющей обработки существенно зависит от условий эксплуатации упрочненного инструмента. Тем не менее, в диссертационной работе *только* для резцов из сплава ВК8 с ионно-плазменным и электроэрозионным покрытием указан обрабатываемый материал (сталь 1Х18Н9Т и титановые сплавы) при испытаниях (без указания режимов резания) в производственных условиях (стр. 249, 250). Аналогичное замечание относится к Приложениям А, Б, В, Д, З, где приведены данные о практическом использовании или внедрении технологий поверхностного упрочнения.

Поэтому возникает вопрос: в каких условиях эксплуатации, при каких видах износа разработанные методы упрочняющей обработки обеспечивают

повышение эксплуатационной стойкости упрочненного инструмента?

7. Известно, что спеченные твердые сплавы, даже будучи полученными в одной партии, отличаются по своим свойствам и характеристикам в пределах некоторого диапазона. В связи с этим возникает вопрос: какова повторяемость экспериментальных результатов? Для какой выборки образцов они были получены, и какова ошибка эксперимента? В таблице 7.1 (стр. 245) все данные получены в эксперименте, но ошибка измерения не указана ни для одной из величин?! То же самое касается приведенных в работе значений размеров карбидов и толщины упрочненного слоя независимо от способа упрочняющей обработки.

8. На стр. 138 в выводе 2 по главе 3 говорится о том, что средние скорости охлаждения в водополимерных растворах в определенных интервалах температур близки к средней скорости охлаждения в масле. Вопрос: каковы значения этих скоростей, и по какой методике они получены?

Вторая группа вопросов связана с ошибками и неточностями методического, терминологического и редакционного характера:

1. На стр. 111 читаем: «Плоскость пластины подвергалась высокоэнергетическому воздействию от разряда электроэнергии, накопленной батареей высоковольтных конденсаторов...». Разряжается батарея конденсаторов, а не «разряд электроэнергии».

2. На стр. 144 читаем некорректную фразу: «... представлены результаты физико-механических свойств...»; на стр. 196, 1-ый абзац сверху: «По результатам РЭМ титана в данной связующей составляет 0,04 %...»; на стр. 212: «... химический состав которого состоит из ...»; стр. 226: «Создаваемые покрытия ... основываются на насыщении ...». Покрытия могут иметь комплекс свойств, которые определяются наличием тех или иных элементов, либо могут образовываться в результате насыщения.... Из рисунка 5.23 б не следует, как указано на стр. 196, химический и фазовый состав поверхностного слоя сплава ВК10КС после обработки электровзрывом титана и т.д.

3. Приведенные на стр. 144 табл. 4.1 и рис. 4.5 дублируют друг друга. Зачем?

4. Неудачна подпись к рисунку 2.12 «Модель динамики температуры ...». Лучше: «Результаты моделирования изменения температуры ...».

5. В таблице 2.1 в качестве единицы измерения в строке «Максимальное значение заряда» приведена единица измерения напряжения: «кВ». Это неверно.

6. На мой взгляд, некорректно в разделе, посвященном анализу структуры и свойств, много места уделять описанию установки и режимам упрочнения (стр. 154, раздел 4.2).

7. В ряде случаев необоснованно в разных разделах диссертационной работы

встречаются фразы, полностью дублирующие друг друга:

- на стр. 214 и 232: «Согласно данным работы [49] с повышением содержания легирующих элементов ...».
- на стр. 224 и 214: «Легирование кремнием кобальтовой фазы, по мнению Лисовского А.Ф., способствует упрочнению межфазных границ и тормозит рост трещин».
- на стр. 29 и 98: «... спеченные твердые сплавы являются гетерофазным материалом с высокоразвитой межфазной и контактной поверхностью, которые оказывают существенное влияние на их свойства».

8. От раздела к разделу повторяются условия проведения трибологических испытаний (например, на стр. 203 в разделе 5.3 и на стр. 222 в разделе 6.1 и т.п.). Возможно, правильнее это было сделать, например, в главе 2.

7. Заключение

Диссертация Осколковой Т.Н. является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие машиностроительного и инструментального производства страны в части, касающейся развития технологических процессов упрочняющей обработки инструментальных материалов.

Полученные автором результаты достоверны, выводы и заключения обоснованы. Содержание автореферата в полной мере соответствует основному содержанию диссертации.

Сделанные замечания не снижают важности полученных результатов и не влияют на общую положительную оценку работы.

Диссертация соответствует заявленной специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Основные положения диссертационной работы достаточно полно отражены в печати. По материалам диссертации опубликовано 3 монографии, 9 патентов РФ, 70 статей в журналах и сборниках, из них 25 статей из Перечня ВАК и 9 статей в журналах, индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science.

Считаю, что диссертационная работа *«Развитие теоретических и технологических основ повышения износостойкости карбидовольфрамowych твердых сплавов с использованием поверхностного упрочнения концентрированными потоками энергии и объемной термической обработкой»* имеет научную и практическую ценность, по научной новизне, практической значимости и объему соответствует критериям, прописанным в пунктах 9-14 «Положения о по-

рядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 года, а ее автор – Осколкова Татьяна Николаевна заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – "Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов".

Доктор технических наук, ученый секретарь Самарского филиала ФГБУН Физического института им. П.Н. Лебедева Российской академии наук



Ярьско С.И.

03 декабря 2018 г.

Ярьско Сергей Игоревич, ученый секретарь Самарского филиала ФГБУН Физического института им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, 443011, г. Самара, ул. Ново-Садовая, 221, тел.: 8-846-3341481; 8-846-3345764; e-mail: laser@fian.smr.ru, scisec@fian.smr.ru.

Наименование научной специальности, по которой защищена докторская диссертация: 05.02.07 – Технология и оборудование механической и физико-технической обработки.



Я, Ярьско Сергей Игоревич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Осколковой Татьяны Николаевны, и их дальнейшую обработку