

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.324.03,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «МАГНИТОГОРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Г.И. НОСОВА»,
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ДОКТОРА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от «22» июня 2023 № 7

О присуждении Хусаинову Юлдашу Гамировичу, Российская Федерация, ученой степени доктора технических наук.

Диссертация «Разработка и научное обоснование новых технических решений формирования упрочненных поверхностных слоев при локальном ионном азотировании сталей» по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов принята к защите 14 марта 2023 г. (протокол заседания №5) диссертационным советом 24.2.324.03, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 455000, г. Магнитогорск, пр. Ленина, 38, приказ № 1193/нк от 12 октября 2022 года.

Соискатель Хусаинов Юлдаш Гамирович, «05» июля 1990 года рождения, диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук «Исследование структуры, фазового состава и механических свойств поверхности сталей 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА при локальном азотировании в тлеющем разряде с полым катодом» защитил в 2015 году, в диссертационном совете, созданном на базе федерального государственного бюджетного

образовательного учреждения высшего профессионального образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», работает директором института авиационных технологий и материалов в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Уфимский университет науки и технологий», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена на кафедре «Технология машиностроения» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный консультант – доктор технических наук, Рамазанов Камиль Нуруллаевич, государственное бюджетное научное учреждение «Академия наук Республики Башкортостан», президент.

Официальные оппоненты:

Астафурова Елена Геннадьевна, доктор физико-математических наук, доцент, федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), заведующая лабораторией, главный научный сотрудник,

Белашова Ирина Станиславовна, доктор технических наук, доцент, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет» (МАДИ), кафедра технологии конструкционных материалов, профессор,

Коновалов Сергей Валерьевич, доктор технических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский государственный индустриальный университет», проректор по научной и инновационной деятельности дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный морской технический университет», г. Санкт-Петербург в своем положительном отзыве, подписанном Толочко Олегом Викторовичем, доктором технических наук, исполняющим обязанности заведующего кафедры материаловедения и технологии материалов, указала, что «...исследования, направленные на разработку новых, эффективных технических решений локального ионного азотирования с возможностью формирования упрочненных диффузионных слоев различной глубины за один цикл обработки является актуальным для современного отечественного машиностроения. Диссертационное исследование Хусаинова Ю.Г. на тему: «Разработка и научное обоснование новых технических решений формирования упрочненных поверхностных слоев при локальном ионном азотировании сталей» соответствует паспорту специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и является законченной научно-квалификационной работой. По актуальности, новизне полученных результатов, их теоретическому и практическому значению работа полностью соответствует требованиям п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор, Хусаинов Юлдаш Гамирович, заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Соискатель имеет 74 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликовано 50 работ, из них в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ опубликовано 13 работ. Сведения об опубликованных работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны. Авторский вклад соискателя объемом 11,0 п.л. в опубликованных работах общим объемом 55,2 п.л. состоит в проведении анализа методов локального структурно-фазового модифицирования по-

верхностного слоя сталей, разработке научной идеи локального ионного азотирования и новых технических решений и способов их реализации, проведении теоретических и экспериментальных исследований закономерностей структурно-фазовых превращений, изменения механических свойств и эксплуатационных характеристик диффузионного поверхностного слоя исследуемых сталей при локальном ионном азотировании с полым катодом, в магнитном поле или с предварительным деформационным измельчением структуры обрабатываемого материала, подготовке научных работ к опубликованию в открытой печати.

Наиболее значительные публикации по теме диссертации:

1. Хусаинов, Ю.Г. Локальное ионное азотирование конструкционной стали мартенситного класса в плазме тлеющего разряда с полым катодом / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов // Физика и химия обработки материалов. – 2018. – №2. – С. 74-80.

2. Шайхутдинова, Л.Р. Влияние ионного азотирования на структурно-фазовый состав и механические свойства быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД / Л.Р. Шайхутдинова, Э.Ф. Хайретдинов, Ю.Г. Хусаинов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2020. – №4. – С. 22-27.

3. Хусаинов, Ю.Г. Перспективные способы реализации локального ионного азотирования сталей / Ю.Г. Хусаинов // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. – 2022. – Т. 20. – №2. – С. 82-90.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. ФГБОУ ВО «Уральский государственный лесотехнический университет» (г. Екатеринбург), подписанный доктором технических наук Потехиным Б.А. Замечания: 1. По выводу №1 предварительное поверхностное деформационное измельчение зерна, но, чтобы зерно измельчилось, требуется после деформации нагрев. По-видимому, этим нагревом является процесс азотирования при 450°C. Так ли это, или не так? 2. Азотирование в магнит-

ном поле!?? Как и почему магнитное поле может влиять на процесс азотирования?

2. ФГБУН Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (ИСМАН) (г. Черноголовка), подписанный доктором физико-математических наук Столиным А.М. Замечания отсутствуют.

3. ФГБОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники» (ТУСУР) (г. Томск), подписанный доктором технических наук Оксом Е.М., кандидатом технических наук Тюньковым А.В. Замечания: 1. В тексте автореферата, в подписях к осям и рисункам нет единой системы единиц температуры, что может привести к путанице. 2. Из текста автореферата не ясно, какой материал использовался для изготовления сетки полого катода. Поскольку потенциал сеточного электрода равен потенциалу обрабатываемой детали и, соответственно, потенциалу катода, то в аргон содержащей среде при таких условиях возможно распыление атомов сетки и последующее их осаждение на обрабатываемом участке. Данные атомы вполне могут образовывать твердые нитриды, способствуя увеличению эксплуатационных свойств поверхности деталей. В этом случае весьма сомнителен механизм увеличения твердости локальной области только за счет увеличения концентрации плазмы в полости.

4. ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения» Сибирского отделения Российской академии наук (г. Томск), подписанный доктором технических наук Паниным С.В. Замечания: 1. В работе для активации диффузионных процессов исследуется способ предварительной интенсивной деформации кручением (ИПДК) на модельных образцах на стали 12Х18Н10Т (стр. 6). Далее в работе локальное деформационное измельчение структуры поверхности получается фрикционным воздействием алмазной иглы (11 проходов, стр. 30). Насколько полученная мелкозернистая структура в результате такой обработки эквивалентна полученной структуре методом кручения объемного образца? Структурные исследования эквивалентности этих способов в автореферате не представлены (зернистость, размеры,

разориентация). 2. На стр. 23 автореферата на основании рис. 20 только по триботрекам (экспресс-анализ) делается заключение, что применение ПК при ИА не влияет на механизм изнашивания. Тогда за счет чего меняется износостойкость в 12-14 раз по сравнению с исходным состоянием поверхности?

5. ФГБОУ ВО «Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева» (г. Нижний Новгород), подписанный доктором технических наук Хлыбовым А.А., кандидатом технических наук Беляевым Е.С., кандидатом технических наук Горшуновым М.Г. Замечания: 1. В работе образцы предварительно подвергаются деформационному измельчению структуры методом ИПДК. Но данных, как влияет исходная структура на размеры и глубину упрочненного слоя не приводится. 2. Предложена модель процесса ЛИА, но данных о программах, в которых проводятся расчеты, нет. Также отсутствуют характеристики материала, используемые при расчетах. 3. Приводятся результаты экспериментального определения температуры детали «шестерня», но каким образом, с использованием какого оборудования проводился этот эксперимент, не сказано.

6. НПА «Технопарк АТ» (г. Уфа), подписанный директором, кандидатом технических наук Кандаровым И.В. Замечания: 1. Из автореферата (стр. 28) следует, что процесс локального ионного азотирования проходит в многокомпонентной газовой среде, в состав которой входит водород. Известно, что водород является для многих сталей вредной примесью и оказывает влияние на пластичность материала. Из автореферата не ясно, каким образом подбиралось приемлемое соотношение компонентов газовой среды.

7. АО «Белебеевский завод «Автонормаль» (г. Белебей), подписанный директором по техническому развитию, кандидатом технических наук Галиахметовым Т.Ш. Замечания: 1. В автореферате, кроме рис. 23, стр. 25, не указаны режимы ионного азотирования образцов, не приведен состав рабочего газа, при котором происходит диффузионное насыщение. В связи с этим при прочтении автореферата появляется сложность сопоставления ре-

зультатов исследований и их анализ. 2. В автореферате (стр. 23) указано, что модельные образцы получались методом ИПДК, однако этот метод не подходит с точки зрения серийного производства реальных изделий. Есть ли у автора понимание, как можно использовать полученные результаты исследований модельных образцов в условиях реального производства?

8. ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской академии наук» (г. Санкт-Петербург), подписанный доктором физико-математических наук Петровым Ю.В. Замечания: 1. Из текста автореферата не очень понятно, что это за оценка хрупкости модифицированного слоя, проведенная на стали 38ХМЮА (стр. 21 автореферата)? 2. Вероятно, на рис. 17 фотографии отпечатков твердости нужно поменять местами – поверхности – б, а сердцевины – а. 3. Из рисунка 20 трудно понять, каков механизм изнашивания стали 16ХЗНВФМБ-Ш, и как определялась износостойкость, которая повысилась в 12-14 раз. 4. О каком методе поверхностной пластической деформации говорится на стр. 30 автореферата. 5. О каком технологическом экране, который приводит к увеличению скорости диффузии в 2-2,5 раза, говорится в выводе 1 (стр. 31 автореферата)?

9. ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет» (г. Тольятти), подписанный доктором технических наук Клевцовым Г.В. Замечания: 1. Из автореферата не ясно, в какой программе проводилось моделирование тепловой энергии и концентрации насыщающего элемента на отдельных поверхностях обрабатываемой детали. 2. Насколько результаты по ЛАИ, полученные на образцах после ИПДК, применимы для деталей с ППД? Проводили ли сравнение тонкой структуры сталей после ИПДК и ППД?

10. ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ» (г. Казань), подписанный доктором физико-математических наук Тимеркаевым Б.А. Замечания отсутствуют.

11. ПАО «АГРЕГАТ» (г. Сим), подписанный техническим директором – главным конструктором Букрабой Д.А. Замечания отсутствуют.

12. ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет» (г. Санкт-Петербург), подписанный доктором технических наук Щипачёвым А.М. Замечания: 1. Так, в тексте автореферата написано: «С целью определения влияния эффекта полого катода, возникающего при ЛИА с ПК, на характеристики плазмы ТР в работе был применен зондовый метод исследования плазмы, позволяющий получить энергетические параметры разряда...», однако в автореферате не представлены результаты зондовых измерений, таких как распределения концентрации и температуры электронов, потенциала плазмы в полости технологического экрана.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается соответствием их научных интересов профилю рассматриваемой диссертации, а также наличием публикаций в области металловедения, формирования структурно-фазового состояния и эксплуатационных свойств сталей при термическом воздействии в ведущих рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и изданиях, индексируемых в Scopus и WebofScience. Это подтверждает их способность квалифицированно определить и оценить научную новизну и практическую ценность исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана и теоретически обоснована новая научная идея формирования на локальных участках материала упрочненных поверхностных слоев, отличающихся как по толщине, так и по структурно-фазовому составу, механическим свойствам и эксплуатационным характеристикам; новая научная идея реализуется за счет применения полого катода или магнитного поля, позволяющих увеличить градиент концентрации насыщающего элемента на локальных участках поверхности детали и приводящих к увеличению скорости диффузионного насыщения в 2-2,5 раза для стали марок 16ХЗНВФМБ-Ш, 38ХМЮА и Р6М5; за счет деформационного измельчения структуры материала на локальных участках детали, позволяющего интен-

сифицировать процесс зернограничной диффузии для стали марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш;

предложена оригинальная научная гипотеза о возможности формирования упрочненных диффузионных слоев различной глубины за один цикл обработки при ионном азотировании за счет комбинирования классического процесса ионного азотирования с известными методами интенсификации процесса ионного азотирования (деформационного измельчения структуры материала, обработки в плазме тлеющего разряда повышенной плотности, формируемой полым катодом или магнитным полем);

доказана перспективность предложенной новой научной идеи формирования упрочненных поверхностных слоев на локальных участках стальных деталей машиностроения при ионном азотировании: деформационное измельчение структуры стали марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T перед процессом локального ионного азотирования позволяет в диапазоне температур от 450°C до 550°C получать упрочненные слои с различными толщинами и свойствами вследствие различия скоростей протекания диффузионных процессов; применение полого катода при ионном азотировании позволяет увеличить толщину диффузионного слоя в 2-2,5 раза, а износостойкость - в ~1,6 и ~1,7 раза для стали марок 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш по сравнению с участками, азотированными без полого катода; применение магнитного поля при локальном ионном азотировании стали марки Р6М5 позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза с достижением высоких показателей по поверхностной твердости ~1210 HV_{0,1};

введен научную практику новое понятие «локальное ионное азотирование», под которым понимается формирование контролируемых диффузионных слоев на отдельных поверхностях детали, исходя из их функциональных назначений и условий эксплуатации с целью обеспечения ее максимальной работоспособности.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что результаты моделирования, а также совокупность экспериментальных данных о влиянии локального ионного азотирования на структуру, фазовый состав, механические свойства и эксплуатационные характеристики диффузионного слоя вносят существенный вклад в понимание физических процессов ионного азотирования, создают основу для разработки новых способов локального ионного азотирования, а также позволяют создать теоретическую базу для назначения приемлемых режимов обработки без дополнительных натуральных экспериментов;

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) **использованы** методы анализа структуры и свойств, в том числе оптическая и электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ; зондовый метод исследования плазмы тлеющего разряда; методы проведения трибологических и склерометрических испытаний, измерения микротвердости поверхностного слоя локально упрочненных образцов из стали марок 16Х3НВФМБ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш и Р6М5;

изложены данные о влиянии локального ионного азотирования в плазме тлеющего разряда повышенной плотности и с предварительным деформационным измельчением структуры материала на структурно-фазовый состав, механические свойства и эксплуатационные свойства диффузионного слоя, на характер распределения микротвердости по толщине упрочненного слоя в зависимости от технологических режимов, а также кинетику роста азотируемого слоя для стали марок 16Х3НВФМБ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш и Р6М5;

раскрыта проблема ухудшения механических свойств и деградации структуры сталей, подвергнутых деформационному измельчению структуры, при длительном термическом воздействии в процессе ионного азотирования и определены приемлемые режимы локального ионного азотирования, обес-

печивающие максимальный прирост поверхностной микротвердости при сохранении твердости основы материала;

изучены закономерности формирования структуры и свойств упрочненных поверхностных слоев, особенности фазовых превращений, кинетика роста диффузионного слоя в зависимости от технологических режимов обработки и применяемых технических решений реализации процесса локального ионного азотирования стали марок 16ХЗНВФМБ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш и Р6М5;

проведена модернизация существующих математических моделей и численных методов решения задачи прогнозирования результатов процесса ионного азотирования, обеспечивающих возможность применения адаптированных моделей для процесса локального упрочнения за счет возможности изменения параметров концентрации диффундирующего элемента азота или размера структурных составляющих на разных участках детали.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработан и внедрен в производство технологический процесс низкотемпературного (до $\sim 450^{\circ}\text{C}$) локального ионного азотирования детали «шток» пакерно-якорного оборудования, предназначенного для гидроизоляции пластов, производства НПФ «Пакер» (г. Октябрьский); разработан и рекомендован к внедрению технологический процесс локального ионного азотирования с полым катодом детали «шестерня» центрального конического привода двигателя летательного аппарата на ПАО «ОДК-Уфимское моторостроительное производственное объединение» (г. Уфа)», позволивший сократить длительность обработки в 2 раза и получить равномерный по длине профиля зуба диффузионный слой толщиной ~ 200 мкм; разработан и внедрен в АО «Белебеевский завод «Автономаль» (г. Белебей) технологический процесс комбинированного многослойного упрочнения просечных пуансонов, включающий операцию локального ионного азотирования в магнитном поле и позволяющий повысить стойкость инструмента после много-

слоистого упрочнения в 1,5-2 раза; разработаны численная модель с применением метода конечных элементов, аналитическая модель с применением экспериментально-статистического метода и программное обеспечение, позволяющие проводить расчеты параметров тлеющего разряда, решать тепловые и диффузионные задачи, прогнозировать толщину и фазовый состав диффузионного слоя с учетом технологических параметров процесса ионного азотирования и размера зерна обрабатываемого материала;

определены пределы и перспективы практического применения разработанных теоретических положений на практике, состоящие в том, что новые данные о влиянии локального ионного азотирования на структуру и свойства могут быть использованы при назначении технологических режимов обработки при освоении производством новых изделий и материалов с целью прогнозирования результатов локального ионного азотирования без дополнительных натуральных экспериментов;

создана модель эффективного применения полученных знаний в виде разработанных блок-схем реализации типовых технологических процессов локального ионного азотирования в плазме тлеющего разряда повышенной плотности и с предварительным деформационным измельчением структуры материала;

представлены технологические рекомендации по содержанию водорода в диапазоне 10-30 % в многокомпонентной газовой среде и его влиянию на образование дефектов структуры и охрупчивание упрочненного слоя, а также по температуре подложки при локальном ионном азотировании для стали марок 16X3HBFMB-III, 38XMЮA, 12X18H10T, 13X11H2B2MF-III.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ использовалась модернизированная в рамках диссертационной работы установка для проведения процессов термической и химико-термической обработок в вакууме ЭЛУ-5, показана воспроизводимость результатов исследования в производственных условиях; контроль, лабораторные и промышленные испытания обработанных деталей

проведены в ПАО «ОДК-Уфимское моторостроительное производственное объединение» (г. Уфа), АО «Белебеевский завод «Автономаль» (г. Белебей), ООО Научно-производственная фирма «Пакер» (г. Октябрьский);

теория построена на фундаментальных положениях теории фазовых превращений и термической обработки и не противоречит им, согласуется с опубликованными экспериментальными данными ведущих исследователей по теме диссертации;

идея базируется на обобщении передового опыта поверхностного упрочнения деталей машин, работающих в условиях интенсивного локального износа, анализе технических требований к упрочненной поверхности, а также требований к технологии с учетом возможности внедрения в серийное производство;

использованы сравнения полученных автором данных о формировании структуры и свойств упрочненных поверхностных слоев при локальном ионном азотировании с ранее полученными результатами экспериментальных исследований других авторов;

установлено качественное и количественное совпадение результатов, проведенных в диссертационной работе исследований и испытаний, полученных с использованием различных методик, с известными теоретическими и экспериментальными данными и научными представлениями;

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации, сертифицированные измерительные системы, высокопроизводительные компьютерные комплексы и лицензионное специализированное программное обеспечение.

Личный вклад соискателя состоит в:

непосредственном участии при проведении аналитического обзора отечественной и зарубежной литературы по теме локального структурно-фазового модифицирования поверхностного слоя конструкционных материалов, патентной проработке различных способов локального упрочнения деталей

машин, в разработке идеи локального ионного азотирования и новых технических решений их реализации, в постановке цели и задач, а также формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, в проведении теоретических и экспериментальных исследований влияния полого катода, магнитного поля и предварительного деформационного измельчения структуры материала на толщину, структурно-фазовый состав и свойства получаемых упрочненных слоев, апробации результатов работы в производственных условиях, интерпретации результатов исследований, подготовке публикаций по теме диссертации.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания.

В отзыве ведущей организации:

1. Недостаточно пояснений в тексте диссертации по рисунку 1.45, также не указано наименование оси абсцисс, что также затрудняет его чтение.

2. После указанной термической обработки стали 12X18H10T указано, что в структуре наблюдается аустенит и карбиды титана, но далее по тексту диссертации (стр. 145), также после последующей ИПДК обработки наблюдается аустенит. Далее (стр.153) упоминается превращение деформационного мартенсита в аустенит. Так была ли в структуре мартенситная составляющая в стали до ИА и ИПДК или нет? В каком количестве появляется деформационный мартенсит? В этой стали, возможно, наличие ферритных фаз до 10%.

3. Определение наличия нитридов на дифрактограммах (рисунки 4.20, 4.33) сделаны по одному или двум пикам, в таких случаях стоит использовать другие методы для подтверждения: EBSD анализ на сканирующем электронном микроскопе или дифракцию электронов на просвечивающем электронном микроскопе.

4. На рисунке 4.28 следовало бы сделать шкалы ординат одинакового масштаба, так как при сравнении убыли массы изначально выглядит так, что

аустенитная сталь 12X18H10T имеет меньше износа, чем мартенситная сталь 13X11H2B2MФ-Ш.

5. На рисунке 4.32 возможно допущена ошибка, так как истолковать этот рисунок можно следующим образом: микротвердость исходного материала (основы) выше, чем микротвердость азотированной поверхности. Возможно причиной этому очень похожее обозначение линий твердости указанных областей.

6. На странице 187 указана карбонитридная природа ϵ -фазы. Возможно, это очевидно, но стоит проводить фазовый анализ для уточнения.

7. Микрофотографии на рисунке 5.8 следует приводить при одинаковом увеличении для исключения появления ошибочных суждений.

8. Рефлексы хрома на дифрактограмме, изображенной на рисунке 5.9 для стали 16X3HВФМБ-Ш, не очевидны, возможно, стоило бы их отразить отдельно.

9. Не замечание, а рекомендация на будущее: сделать ИА на инструментальных сталях, полученных технологиями порошковой металлургии, которые позволяют убирать структурную неоднородность на начальных стадиях изготовления инструмента.

В отзыве официального оппонента Е.Г. Астафуровой:

1. Из текста диссертации не ясно, как была определена и от каких параметров моделирования зависит погрешность расчетных величин на рисунках 3.2-3.6. Следовало бы указать величины погрешности для экспериментальных данных, приведенных на этих рисунках. Не ясно, зачем проведена аппроксимация зависимостей на рисунках 3.2-3.6, кривые не всегда корректно описывают полученные данные. Можно было ограничиться построением огибающих или соединить «по точкам» полученные значения, либо формализовать зависимости. При указании коэффициентов диффузии в разделе 3 следовало указывать температуры, которым они соответствуют.

2. Автору, к сожалению, не удалось избежать неудачных формулировок при описании микроструктуры сталей и взаимодействия дислокаций в

разных системах скольжения. В частности, на странице 140 указано, что «под действием напряжений дислокации движутся и встречаются с перпендикулярно направленными дислокациями...». Во-первых, не понятно, что именно имеет в виду автор, говоря о направлении дислокации, - ее вектор Бюргерса или линию дислокации. Во-вторых, нужно отметить, что плоскости скольжения или направления скольжения в одних и тех же плоскостях часто не перпендикулярны друг другу.

3. В разделе 4 автор справедливо отмечает, что деформационная обработка (поверхностная или объемная) вызывает измельчение структуры и формирование ультрамелкозернистого или нанокристаллического состояния с размером элементов (зерен, субзерен) в диапазоне сотен нанометров. Диссертант утверждает, что во время низкотемпературного ионного азотирования происходит преимущественно зернограничная диффузия и она ответственна за диффузионное насыщение материала (стр. 140 диссертации). Из текста не понятно, могут ли влиять на диффузию азота другие элементы структуры, характерные для деформационных материалов, такие как дислокации, субзеренные границы, вакансии, дисперсные частицы и т.п., или автор считает это влияние малым? Эти элементы структуры описаны в диссертации (раздел 4, описание к рис. 4.11).

4. При изучении фазового состава образцов стали 12Х18Н10Т после деформирования и ионного азотирования (стр. 158-159 диссертации) автор работы отмечает формирование деформационного α' -мартенсита в образцах наряду с формированием нитридных фаз и азотистого аустенита. Безусловно, деформационный α' -мартенсит преобладает в таких образцах, но не следует забывать и об образовании α -фазы при формировании нитридов в упрочненном слое.

5. В разделе 5 представлены данные по обработке образцов сталей 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА в смеси газов (азот, аргон, ацетилен). В результате такой обработки формируются упрочненные слои значительной толщины (до нескольких миллиметров, например, стр. 187), превышающей

область анализа при рентгеновских исследованиях (десятки микрометров). При условии, что съемку проводили для обработанной поверхности образца, в область анализа попадали не все модифицированные слои материала. Были ли использованы какие-то приемы для исследования фазового состава в упрочненных областях, находящихся ниже областей анализа при рентгеновских съемках?

6. Значения содержания остаточного аустенита (1-3%), приведенные в таблице 6.1, и нитридов в таблице 6.3, вероятно, занижены, так как в общем случае метод рентгеноструктурного анализа не позволяет выявить столь малые доли фаз.

7. В разделе 6 приведены данные по ионному азотированию образцов стали марки Р6М5, предварительно подвергнутой интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением (ИПДК). Из текста диссертации не ясно, каким участкам полученных при ИПДК дисков соответствует описание структуры, приведенное в разделе 6.3. Наблюдалось ли характерное для ИПДК радиальное изменение структуры и свойств образцов после ионного азотирования?

В отзыве официального оппонента И.С. Белашовой:

1. На рис. 2.4 диссертации приведена схема реализации технологии ЛИА в МП с системой из постоянных магнитов. В случае большой номенклатуры обрабатываемых заготовок с широким диапазоном размеров требуется изготовление для каждого случая своей уникальной магнитной системы? На сколько это технологично?

2. По математической модели несколько вопросов, которые следует пояснить:

- каково прикладное значение построенных моделей? Проводили ли проверку адекватности?

- хотелось бы язык моделирования перевести на язык специальности (стр. 138, выводы по гл. 3): какие результаты «упрочняющей обработки» являются функционально зависимыми от параметров плазмы? Что подразуме-

вается под «параметрами тепловых и диффузионных процессов»? Какие параметры модели определяют толщину и фазовый состав диффузионного слоя?

- пояснить вывод на стр. 137: «Вычислив положение межфазных границ..., строим график зависимости концентрации азота от расстояния от поверхности...».

3. В п. 3.4 не оговаривается, каковы ограничения по сталям, для которых разработано программное обеспечение расчета параметров диффузионного слоя. Может ли оно применяться для прогнозирования строения слоя в высоколегированных сталях, в частности, в сталях аустенитного и мартенситного классов, изучаемых в работе?

4. Судя по распределению микротвердости (рис. 3.21), на азотированной поверхности присутствует зона соединений повышенной твердости (30-40 мкм), тогда как диффузионная модель (график на рис. 3.19), очевидно, образования поверхностной нитридной зоны не предусматривает.

5. В 5 главе диссертации ЛИА с ПК проводится в многокомпонентной газовой среде с присутствием ацетилена C_2H_2 . Возможно, правильнее было бы называть этот процесс нитроцементацией. В 4 и 6 главах процесс ЛИА проводится в газовой среде с присутствием водорода. Чем вызвано применение того или иного состава газовой среды для исследуемых сталей?

6. Что означает «толщина азотированного слоя в центре образца» - проазотирована сердцевина? Как? И «на периферии образца»? (с. 149-151, рис. 4.15).

7. Рис. 4.8. мало информативен, хотя в работе структура определяется как структура с двойниками и карбидами по границам зерен.

8. В чем заключается методика и эффект наноструктурирующей фрикционной обработки (п. 4.6)?

В отзыве официального оппонента С.В. Коновалова:

1. В диссертационной работе прослеживаются три направления исследований: 1 – локальное ионное азотирование с измельчением структуры ос-

новы материала, для исследования этого направления были выбраны стали марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш; 2 – локальное ионное азотирование с полым катодом, для исследования этого направления были выбраны стали марок 16X3HВФМБ-Ш и 38ХМЮА; 3 – локальное ионное азотирование в магнитном поле, для исследования этого направления была выбрана сталь Р6М5. Почему были выбраны именно эти стали для каждого из исследуемых направлений? По какому классификационному признаку или критерию?

2. Из третьей главы диссертации (раздел 3.3) не понятно, на примере каких сталей в работе проводилось математическое моделирование процесса нагрева детали при ионном азотировании методом регрессионного анализа? Почему не учитывался химический состав нагреваемого материала при моделировании? Как применить разработанную модель для других сталей, не исследуемых в рамках данной диссертационной работы? Каковы границы применимости модели?

3. Оптические фотографии треков износа, приведенных в диссертационной работе (разделы 4.5, 5.5), малоинформативные. На мой взгляд, фотографии треков износа, сделанные методом растровой электронной микроскопии, наглядно могли показать смену механизма износа.

4. В четвертой главе диссертации сначала исследования проводятся на образцах, прошедших интенсивную пластическую деформацию кручением, а затем – на образцах, прошедших наноструктурирующую фрикционную обработку. Чем вызван переход от одного метода обработки к другому? Почему изначально все исследования в четвертой главе не проводились на образцах, прошедших наноструктурирующую фрикционную обработку?

5. В пятой главе диссертации на рисунках 5.7 и 5.8 представлены кинетики роста локального упрочненного слоя в тлеющем разряде с полым катодом для сталей марок 16X3HВФМБ-Ш и 38ХМЮА. Однако из текста диссертации не ясно, каким образом проводилась оценка толщины упроч-

ненного слоя. По снимкам, сделанным с помощью оптической металлографии, произвести точное измерение затруднительно.

б. В шестой главе диссертации для получения однородной структуры стали Р6М5 до азотирования применялась интенсивная пластическая деформация кручением. Как это позволяет интенсифицировать диффузионный процесс при азотировании? Какова тогда роль магнитного поля?

В ходе заседания диссертационного совета:

По каким параметрам определялась износостойкость упрочненного слоя? Какова погрешность исследований? Сколько образцов исследовано для получения одной точки? Вопрос по первому пункту научной новизны: в чем отличие вашего метода от газового азотирования? По третьему пункту научной новизны: откуда выделяются дисперсные частицы? Места их образования? За счет чего формируется микротвердость поверхности? По четвертому пункту научной новизны: за счет чего был достигнут прирост износостойкости? В чем состоит актуальность работы? До вас не было отмеченных подходов 1 и 2, описанных в разделе актуальности работы автореферата? Есть ли акты внедрения с экономическим эффектом?

Поясните, почему кривые микротвердости имеют такой характер? Микротвердость измеряли от радиуса к центру или по образующей?

На сколько ваши технологии «чувствительны» к размерам обрабатываемых деталей? В работе какие были размеры образцов? Можно ли применить ваши разработки для инструмента холодной высадки крепежа?

Функция температуры протекания процесса азотирования: какова адекватность этого уравнения? При какой доверительной вероятности? Какой был объем выборки? Каковы значения критерия Фишера?

Какая истинная степень деформации при ИПДК? Деформировали торцевую поверхность образцов или цилиндрическую? При одной и той же схеме использовали разную степень деформации? Было ли нормирование или требование к скорости деформации?

Вы использовали ИПДК или алмазное выглаживание? Каким образом получается, что температура венца ниже температуры сердцевины шестерни? Каким образом вы это получили: с помощью полого катода или нагревом в тлеющем разряде? Почему в модели тепловой поток одинаковый, а температура различная?

Как влияет микротопография поверхности на ваш процесс? Была ли ионная очистка перед локальным ионным азотированием? Образуется ли нитрид алюминия в стали 38ХМЮА? В каком излучении проводили рентгеноструктурный анализ? Почему на глубине 30 мкм светится ϵ -фаза?

Почему после ИПДК и ионного азотирования исчезла γ' -фаза? Образуется ϵ -фаза и сразу α -фаза? Определяли ли образование фаз во времени?

Чем достигается «локализация» при локальном ионном азотировании? Как управляется процесс? Азотирование – это финишная операция или далее идут еще какие-то виды обработки? Какова толщина распространения пластической деформации и как она влияет на процесс азотирования? Проводили ли корреляцию между режимами ИПД и толщиной азотированного слоя?

Как вы определяли энергию активации в уравнении Аррениуса? Почему в работе применялся именно метод ИПДК?

Соискатель Хусаинов Ю.Г. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.

Износостойкость определяли по количеству удаленного металла из испытуемого образца в процессе испытания на износ. Точность измерений составляла 6 знаков после запятой. Испытания проводили для каждой точки по 5 образцов. Расходимость была в пределах 5%. В некоторых случаях доходило до 10%.

Процесс ионного азотирования отличается от классического процесса в соляных ваннах, газового азотирования тем, что при ионном азотировании имеется множество параметров, технологических режимов, которые можно регулировать: состав многокомпонентной газовой среды, разность потен-

циалов, которая влияет на энергию заряженных частиц, давление в вакуумной камере. Регулировать режимы можно, меняя высоту установки экрана для случая применения полого катода, а для магнитного поля - меняя магнитную систему с различными индукциями. Толщина может достигать 500-600 мкм, но слой со структурой до 100 нм достигается на толщине 5-10 мкм.

Дисперсные частицы выделяются у стали ЭИ-961 при температуре нагрева 500°C, это карбиды из твердого раствора. Микротвердость поверхности при ионном азотировании формируется за счет образования нитридов как основного материала - это нитриды железа, так и легирующих элементов, например, хрома. Упор надо делать не на достигаемую износостойкость, а достигаемую износостойкость за время. При газовом азотировании возможно достичь таких же значений износостойкости только при азотировании в течение 36 часов. На рисунке 2 (слайд 19) представлено распределение микротвердости. На 600 HV видим пунктирную линию микротвердости поверхности материала после наноструктурирующей фрикционной обработки. Все, что выше этой линии - это прирост микротвердости, а толщина азотированного слоя - это нижняя пунктирная линия.

Современное машиностроение характеризуется большим количеством деталей со сложной конфигурацией, например, деталь «шестерня» топливной аппаратуры газотурбинного двигателя. На сегодняшний день на заводе обработка такой детали занимает от 36 часов и производится за две вакуумные садки. Нам удалось за счет наших подходов и новых технических решений произвести обработку этой детали за один вакуумный цикл.

Процесс ионного азотирования имеет диффузионный механизм. Вглубь материала проникает азот, образует различные фазы в зависимости от концентрации. На поверхности образуются нитриды высшего порядка ϵ -фаза, ξ -фаза, которые имеют наибольшую твердость. Дальше идет γ' -фаза, и азотистый твердый раствор. Исходя из этого, формируется кривая изменения микротвердости. При содержании водорода больше 15% характер изменения микротвердости меняется. Подобные данные есть у автора В.Г. Кап-

луна. Он исследовал влияние водорода для других сталей и не при ионном азотировании. У нас есть акты о внедрении по трем технологиям, которые мы внедрили или проведена апробация. К примеру, по технологии (слайд 32), которая сейчас приведена на слайде для того, чтобы оценить эффект и результат, требуется два года.

Ограничивается размер обрабатываемой детали при наших технологиях ионного азотирования объемом вакуумной камеры и энергетическими параметрами источника питания. Например, деталь (слайд 32) имела длину 1,5 метра и диаметр 60-70 мм. За счет твердого подслоя у нас, во-первых, покрытие долго сохраняет свою работоспособность и увеличивается стойкость инструмента. Поэтому мы рекомендуем упрочнять такие детали в два подхода: ионное азотирование и последующее нанесение покрытия.

Адекватность разработанной аналитической модели проводилось по критерию Фишера. Количество неизвестных переменных было 4. Проводили 16 экспериментов, это минимальное достаточное количество экспериментов. Верификацию результатов проводили с помощью физических экспериментов. Интенсивную пластическую деформацию кручением мы для стали 12Х18Н10Т и ЭИ-961 проводили при давлении 6 ГПа, количестве оборотов 10 и при температуре нагрева 300°C. Для стали Р6М5 величина статической нагрузки составила 4 ГПа при количестве оборотов 1,5. Средний размер зерна составил 150-200 нм.

Условием возникновения эффекта полого катода является то, когда две прикатодные области начинают перекрываться, это светящиеся области, то проявляется это в виде яркого свечения. Яркое свечение говорит нам о том, что активно происходят плазмохимические процессы ионизации, происходит осцилляция электронов. При осциллировании электронов в этой полости они встречаются с атомарным азотом или другими элементами, входящими в состав газовой смеси и происходит ионизация. Поэтому именно в середине у нас наблюдается пик концентрации насыщающего элемента. В литературе по плазме, по разрядам такой зависимости не встречал.

Вокруг зубчатого венца имеется технологический экран в виде сетки. Действительно, отвод тепла зависит от температуры нагрева. Чем больше температура нагрева, следовательно, и отвод энергии больше. От оси цилиндра к периферии. Деформацию проводили по торцевой поверхности, толщина образца составляла 1,5-2 мм. Максимальная степень деформации наблюдалась на периферии, а минимальная – в центре образца. Методом ИПДК можно достаточно легко и быстро получать образцы. Для перехода от интенсивной пластической деформации кручением для промышленного внедрения применялась фрикционная обработка.

Разрешающая способность нашего рентгеноструктурного анализа составляет около 5%. Применялся медный катод. Рентгеноструктурный анализ проводился сканирующим пучком. За счет этого глубина проникновения в 2 раза меньше. Из-за гомогенности данной фазы в узком диапазоне концентраций азота она не была обнаружена, возможно, она и присутствовала. В теории азотирования имеется две теории: Ю.М. Лахтина и Б.Н. Арзамасова. Теория И.М. Пастуха объединяет две предыдущие теории. Поэтому в данном случае могут образовываться нитриды. Это очень затруднительно, и мы не знаем, что может происходить во время охлаждения.

Анализ литературных источников показывает, что шероховатость поверхности влияет на процесс азотирования и на интенсификацию процесса.

Наноструктурирующая фрикционная обработка аналогична выглаживанию. Влияние режимов интенсивной пластической деформации на процесс азотирования не исследовали. Были использованы приемлемые режимы интенсивной пластической деформации кручением, которые используют при исследованиях в научной школе Р.З. Валиева. В случае крупнозернистой структуры данные подбирались из литературных источников. Методом интенсивной пластической деформации можно легко и быстро получать образцы с различной степенью деформации и свойствами, именно модельные образцы для исследования.

Процесс ионного азотирования считается финишной операцией. В некоторых случаях для деталей особо точных поверхность может подвергаться шлифовке.

На заседании 22 июня 2023 года диссертационный совет принял решение за новые научно-обоснованные технические и технологические решения, имеющие существенное значение для предприятий машиностроительного комплекса, включающие результаты исследований фундаментальных и прикладных аспектов разработанных технологий локального ионного азотирования, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие экономики страны присудить Хусаинову Ю.Г. ученую степень доктора технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 10 докторов наук по научной специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 20 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 17, против нет, недействительных бюллетеней нет.

Председатель
диссертационного совета



Чукин Михаил Витальевич

Ученый секретарь
диссертационного совета

Полякова Марина Андреевна

22.06.2023 г.