

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Степушина Александра Сергеевича «Создание линейной градиентной структуры в  $(\alpha+\beta)$ -титановых сплавах для обеспечения высокого сопротивления динамическим нагрузкам», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

### **Актуальность темы исследования.**

Термоводородная обработка весьма привлекательный для практической реализации процесс. Известно ее применение для получения оптимального баланса механических характеристик сплавов, измельчения структуры для последующей горячей деформации, повышения технологической пластичности. Перспективным представляется использование обратимого водородного легирования для получения линейной градиентной структуры в титановых сплавах, применяемых для изготовления материалов, защищающих от локальных динамических нагрузок. В этом случае появляется возможность получить на поверхности структуру, позволяющую реализовать высокую твердость, а в сердцевине, обеспечивающую высокую вязкость. Это даст возможность эффективно поглощать энергию удара и замедлить скорость распространения трещины. Между тем решение этой задачи требует проведения ряда дополнительных исследований. В частности, для создания градиента структуры требуется введение водорода только с одной стороны поверхности полуфабриката и, следовательно, остальные стороны поверхности должны быть защищены от взаимодействия с водородом. Для этого можно использовать оксидные, нитридные или другие виды покрытий. Однако их стойкость при нагреве в водородной среде практически не исследовалась. Не исследовалось для такого процесса структурообразование при однонаправленном вводе водорода. В этой связи диссертационная работа Степушина А.С., направленная на изучение возможности применения термоводородной обработки для создания линейной градиентной структуры в титановых сплавах в присутствии

защитных (барьерных) покрытий, обеспечивающей высокое сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам, несомненно, представляет значительный научный и практический интерес.

### **Анализ содержания диссертации**

Диссертационная работа изложена на 215 страницах, включая 82 рисунка, 43 таблицы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов и списка литературы из 128 наименований.

Во **введении** обоснована актуальность и степень разработанности темы исследования, обозначены: цели, задачи работы, ее научная новизна, теоретическая и практическая значимость, методология и методы диссертационного исследования, основные положения, выносимые на защиту, степень достоверности диссертационного исследования, апробация его результатов, личный вклад соискателя, число публикаций по материалам работы.

**В главе 1** «Обзор литературы» освещено современное состояние научных исследований по тематике диссертационной работы. Приведена классификация средств поражения и классов бронезащиты, рассмотрены особенности бронирования транспортных средств. Сделан обзор материалов, применяемых для бронезащиты. Рассмотрены способы повышения пулестойкости бронезащиты. Показано, что наиболее эффективны гетерогенные материалы, сочетающие твердую фронтальную и вязкую тыльную поверхность и обеспечивающие тем самым поглощение энергии удара и замедление скорости распространения трещины. Рассмотрены способы получения различного типа структур, в том числе градиентных и свойств в титановых сплавах, в том числе с помощью термоводородной обработки. Приведены примеры формирования в полуфабрикатах из титановых сплавов градиентной структуры.

В целом, глава дает достаточное представление о направлениях работы и накопленных на настоящий момент данных по ее тематике. Сформулированы цель и задачи исследования.



**В главе 2** «Объекты и методы исследования» представлены материалы исследования, термические обработки и методики исследования. Исследования проводились на образцах, вырезанных из горячекатаных плит титановых сплавов ВТ6 и ВТ23. В диссертации не дано объяснения причины взятия для исследования этих сплавов.

В работе изучали окисление образцов в воздушной атмосфере. Оксидные покрытия получали термическим, электрохимическим, микродуговым методами. Нитрид титана наносили ионно-плазменным напылением. Насыщение образцов водородом проводили термодиффузионным способом в среде высокочистого водорода на установке Сивертса.

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре. Измерение твердости осуществляли согласно ГОСТ 9013-59. Статистические механические испытания на одноосное растяжение проводили согласно ГОСТ 1497 - 84. Кратковременные динамические испытания на удар проводили согласно ГОСТ 9454 – 78. Были выполнены испытания на пулестойкость.

Глава дает необходимое представление об исследуемых материалах, режимах их обработки и методах исследования.

**В третьей главе** рассмотрена возможность создания барьерных покрытий на титановых сплавах ВТ6 и ВТ23, стойких к проникновению водорода. Изучено влияние температурных, временных и концентрационных параметров обработки на формирование термического, электрохимического, микродугового оксидного, ионно-плазменного нитридного покрытий на поверхности образцов, их структуру и толщину покрытий. Определены толщины покрытий в зависимости от режимов обработки. Исследована стойкость покрытий при нагреве на температуры последующей термоводородной обработки. Показано, что нитридные и МДО-покрытия стойки при обработке в вакууме и их толщина не изменяется. Анодно-оксидные покрытие, сформированное при электрохимическом анодировании, полностью растворяется при нагреве в вакууме. Установлено, что из всех термических оксидных покрытий устойчиво только покрытие, сформированное

при 900°C в течение 4 часов. Состав выбранных титановых сплавов не влияет на полученный результат.

В результате проведенных исследований было выбрано три типа покрытий: термическое оксидное, нитридное и полученное микродуговым оксидированием.

В главе 4 исследованы закономерности фазовых превращений и структурообразования в сплавах ВТ6 и ВТ23 при однонаправленном поверхностном наводороживающем отжиге. Показано, что после поглощения заданного количества водорода возникает градиент его концентраций, что приводит к различной завершенности  $\alpha \rightarrow \beta$  - превращения по сечению полуфабриката. Отмечается переход от мартенситной структуры полуфабриката с одной стороны до двухфазной равновесной ( $\alpha + \beta$ )- структуры с противоположной, что будет вести к существенному различию в механических характеристиках по его сечению.

Изучены защитные свойства покрытий на образцах из сплавов ВТ6 и ВТ23 от проникновения водорода при наводороживающем отжиге. Выявлено, что барьерные свойства оксидного и нитридного зависят от концентрации вводимого водорода и легированности сплава. Определены оптимальные концентрации вводимого водорода для термического оксидного и нитридного покрытий. Свыше установленных концентраций покрытие защитные функции теряет. Микродуговое оксидное покрытие не защищает образцы от проникновения водорода из-за присутствия предположительно в нем пор.

Исследовано влияние концентрации вводимого водорода на глубину слоя с преобразованной структурой для обоих сплавов с нанесенными разными покрытиями. Получено, что на поверхности при однонаправленном наводороживании содержание водорода в поверхности на 0,2 масс.% больше, чем в объеме образца.

Изучены особенности фазовых и структурных превращений в сплавах ВТ6 и ВТ23 в условиях дегазации при низкотемпературном вакуумном отжиге. Обнаружено, что температура 625°C обеспечивает условия, при которых в



процессе дегазации зарождение новых частиц  $\alpha$ -фазы преобладает над процессами их роста. Показано, что при термоводородной обработке с однонаправленным наводороживающим отжигом в плитах из титановых сплавов ВТ6 и ВТ23 формируется линейная градиентная структура, которая изменяется от мелкодисперсной со стороны введения водорода до крупнопластинчатой с противоположной, при этом твердость по сечению полуфабриката изменяется от максимальных значений на поверхности к минимальным на глубине. Установлено, что формирование линейной градиентной структуры в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 обеспечивает значения ударной вязкости как среднеарифметическое между значениями КСУ для образцов с объемной пластинчатой и дисперсной структурами.

**В пятой главе** разработана технология получения в плитах из сплавов ВТ6 и ВТ23 линейной градиентной структуры, включающая: вакуумный отжиг в  $\beta$ -области с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры; вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана при температуре 400°C в течение 30 минут или термическое оксидирование в печи с воздушной атмосферой при 900°C в течение 4 часов; механическое удаление с одной поверхности заготовок покрытия; наводороживающий отжиг при 800°C до 0,2 масс.% для сплава ВТ23 и 0,4 масс.% для сплава ВТ6, охлаждение после поглощения заданного количества водорода со скоростью 1 К/с и последующий вакуумный отжиг в течение 8 - 10 часов при температуре 625°C. В целом в главе представлено достаточно подробное исследование с полным и наглядным представлением полученных экспериментальных и расчетных данных.

Проведены сравнительные испытания на пулестойкость пластин из титановых сплавов ВТ6 и ВТ23 с линейно-изменяющейся по сечению структурой и плит с объемной крупнопластинчатой структурой, полученной отжигом в  $\beta$ -области. Показано, что образцы с линейной градиентной структурой имеют лучшие результаты по пулестойкости, чем образцы с объемной крупнопластинчатой структурой.

В **заключении** приведены основные выводы по диссертационной работе.

В целом, полученные в диссертации Степушина А.С. результаты по применению термоводородной обработки для создания линейной градиентной структуры в титановых сплавах в присутствии защитных (барьерных) покрытий, обеспечивающей высокое сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам позволяет говорить об их значимости, как в научном, так и практическом аспекте.

#### **Научная новизна диссертационной работы:**

Полученные результаты в работе позволяют выделить в качестве научной новизны:

1. Исследование стойкости полученных покрытий при обработке в вакууме. Показано, что стойкость термического оксидного покрытия при обработке в вакууме при  $800^{\circ}\text{C}$  зависит от его толщины, определяемой температурой и временем предварительного окисления в печи с воздушной атмосферой. Обнаружено, что стабильным является оксид, сформированный при  $900^{\circ}\text{C}$  в течение 4 часов. Уменьшение времени выдержки или снижение температуры окисления приводит либо к полному, либо к частичному его растворению в вакууме. Нитридное же покрытие в пределах толщин от 0,7 до 4,2 мкм проявляет стойкость к воздействию нагрева в вакууме при температуре  $800^{\circ}\text{C}$ .

2. Изучение защитных свойств оксидного и нитридного покрытий от проникновения водорода в титановые сплавы. Установлено, что они зависят от расчетной концентрации вводимого водорода и степени легирования сплава. Показано, что при температуре  $800^{\circ}\text{C}$  однонаправленное легирование водородом сплава ВТ6 с оксидным покрытием возможно до 0,4 масс.%, а сплава ВТ23 до 0,2 масс.%, а с нитридным покрытием до 0,4 масс.% для обоих сплавов. При превышении этих значений концентрации водорода и, соответственно, исходного давления водорода над сплавом защитные свойства покрытий снижаются.

3. Создание однонаправленным легированием водородом в заготовках из титановых сплавов нового состояния линейной градиентной структуры. Показано,



что, регулируя интенсивность фазовых и структурных превращений в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 однонаправленным легированием водорода с последующей дегазацией вакуумным отжигом, возможно создать в плитах линейную градиентную структуру, которая по их сечению изменяется от мелкодисперсной со стороны введения водорода до крупнопластинчатой с противоположной, при этом твердость изменяется от 42 до 33 ед. HRC, соответственно.

### **Теоретическая и практическая значимость результатов работы.**

1. Теоретическая значимость работы обусловлена созданием путем использования принципов термоводородной обработки нового структурного состояния в титановых сплавах линейной градиентной структуры, позволяющей получить по сечению полуфабрикатов разнонаправленные свойства. Это подтверждено на примере титановых сплавов ВТ6 и ВТ23.

2. Практическую значимость подтверждает разработка технологии получения в плитах из сплавов ВТ6 и ВТ23 линейной градиентной структуры, включающей: вакуумный отжиг в  $\beta$ -области с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры; вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана при температуре 400°C в течение 30 минут или термическое оксидирование в печи с воздушной атмосферой при 900°C в течение 4 часов; механическое удаление с одной поверхности заготовок покрытия; наводороживающий отжиг при 800°C до 0,2 масс.% для сплава ВТ23 и 0,4 масс.% для сплава ВТ6, охлаждение после поглощения заданного количества водорода со скоростью 1 К/с и последующий вакуумный отжиг в течение 8 - 10 часов при температуре 625°C. Полученные по разработанной технологии плиты показали высокое сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам при испытаниях боеприпасами калибров 5,45-мм и 7,62-мм (пулями со стальным сердечником и пулями повышенной пробиваемости).

**Достоверность научных результатов и обоснованность выводов** определяется использованием современных сертифицированных комплексов проведения исследований и анализа их результатов, включающих высокоточное

оборудование и программное обеспечение с широкими возможностями анализа данных. Исследования и испытания проводились в соответствии с требованиями научно-технической документации, действующей на территории Российской Федерации (ГОСТ), достоверность результатов подтверждается хорошим совпадением экспериментальных данных и теоретических расчетов, использованием методов математической статистики при обработке результатов.

Использование взаимодополняющих методов исследований и отсутствие противоречий в экспериментальных данных способствует формулированию научных положений.

#### **Замечания.**

1. В качестве материала исследования были взяты сплавы ВТ6 и ВТ23. Однако, автор не объяснил причину выбора сплавов с разной степенью легированности. Какие факторы были приняты во внимание при выборе этих материалов?

2. На стр. 15 автореферата. Мелкодисперсная ( $\alpha+\beta$ )-структура приводит к существенному увеличению предела прочности и резкому уменьшению пластичности и ударной вязкости. Из данных таблицы 5 не следует существенное повышение прочности для сплава ВТ6, процентов на 15 выше в сплаве ВТ23.

3. При отработке режимов нанесения покрытий отмечалось, что под защитным покрытием наблюдалось проникающее окисление. Из данных диссертации не ясно какое влияние оказывает этот слой на проницаемость водорода и удалялся ли этот слой при оценке механических свойств?

4. В работе проводилась оценка ударной вязкости пластин содержащих градиентную структуру. При этом надрез наносилась со стороны от преобразованной структуры. Но при этом наблюдались разной толщины слои с мелкодисперсной и крупнозернистой структуры. Как этот фактор учитывался при определении этой характеристики?

#### **Соответствие диссертационной работы указанной специальности.**

Диссертационная работа Степушина Александра Сергеевича по содержанию и полноте изложенного материала соответствует паспорту специальности



2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов: пункту 2 – «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях, включая технологические воздействия и влияние сварочного цикла на металл зоны термического влияния, их моделирование и прогнозирование», пункту 3 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния разнородных структур, в том числе кооперативного, на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов, их моделирование и прогнозирование», пункту 4 – «Теоретические и экспериментальные исследования термических, термоупругих, термопластических, термохимических, термомагнитных, радиационных, акустических и других воздействий на изменение структуры и свойств металлов и сплавов, их моделирование и прогнозирование», пункту 6 – «Разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов объемной и поверхностной термической, химико-термической, термомеханической и других видов обработок, связанных с термическим или термомеханическим воздействием, цифровизация и автоматизация процессов, а также разработка информационных технологий систем сквозного управления технологическим циклом, специализированного оборудования».

#### **Заключение.**

Диссертация выполнена на высоком уровне с привлечением современных методов исследования. Получен ряд новых результатов важных как для фундаментальной, так и прикладной науки. Автореферат и публикации в полной мере отражают результаты, представленные в диссертации. Результаты проведенных исследований опубликованы в 22 научных работах, из них 3 в изданиях, входящих в перечень ВАК и 6 в журналах, включенных в международные системы цитирования.

Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 – 14 «Положения о присуждении ученых степеней» постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (в редакциях от 21.04.2016 № 335 и 12.10.18 №

1168), а ее автор Степушин Александр Сергеевич достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Metalловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент,

профессор кафедры «Материаловедение  
и нанотехнологии» Федерального  
государственного автономного образовательного  
учреждения высшего образования «Белгородский  
государственный национальный исследовательский  
университет»,  
доктор технических наук (05.16.01 – Metalловедение  
и термическая обработка  
металлов и сплавов),

профессор

« 1 » 12 2022 г.

Геннадий Алексеевич Салищев

Подпись заверяю

ФИО

Личную подпись удостоверяю	Салищев Г. А.
Ведущий специалист по кадровым вопросам	Салищев Г. А.
по кадровым вопросам персонала направленности	01-12 2022 г.

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ «БелГУ»

Тел: (4722) 30-12-11. E-mail: [Info@bsu.edu.ru](mailto:Info@bsu.edu.ru)