

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу **Романюк Світлани Павлівни**
«Експериментальні та технологічні основи формування структури і властивостей при
зміцненні нанопокриттями інструмента», яка подається до захисту на здобуття наукового
ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство
Технічні науки (13 Механічна інженерія)

Актуальність обраної теми дисертації

Дисертаційна робота Романюк Світлани Павлівни присвячена вирішенню важливої науково-технічної проблеми, пов'язаної зі створенням наукових і технологічних основ формування структури і властивостей різального інструменту при його зміцненні нанопокриттями, і спрямована на підвищення експлуатаційної стійкості інструменту у харчовій промисловості із формуванням на його робочій поверхні зміцнюючих зносостійких і модифікованих шарів з розробкою комплексного підходу до контролю якості та прогнозування особливостей структуроутворення і властивостей.

Дослідження за темою дисертаційної роботи виконані відповідно до держбюджетної тематики ХНТУСГ імені Петра Василенка, договорів про співпрацю з підприємствами та згідно діючих програм: «Розробка і використання нових технологічних прийомів зміцнення наноstrukturними покриттями в машинобудуванні» (ДР 0120U102792), 2020-2023 р.р.; «Нові технологічні процеси відновлення деталей наплавленням з використанням модифікування вторинною сировиною» (ДР 0120U002209), 2020-2024 р.р.; «Теоретичне та експериментальне обґрунтування нових технологій виробництва та відновлення деталей з використанням зміцнення модифікуванням» (ДР 0116U005802), 2015-2017 р.р.; «Отримання і застосування детонаційної шихти для підвищення експлуатаційної стійкості деталей» (ДР 0117U004157), 2014-2017 р.р.

Науково-дослідні роботи, що виконувались у межах перелічених наукових тем, є свідченням затребуваності науково-дослідних робіт з обраного напрямку, і, відповідно, вказують на актуальність дисертаційного дослідження.

Дисертантка Романюк С. П. показала, що на сьогодні залишаються нез'ясованими багато питань, щодо неоднорідного впливу різних технологій на особливості структуроутворення зміцнюючих покриттів, тому важливим є проведення комплексних теоретичних та експериментальних досліджень з розробкою ефективних режимів технології зміцнення інструментів. Вирішення поставлених питань дозволить підвищити рівень функціональних властивостей робочих поверхонь таких виробів, мінімізувати неоднорідність покриття, знизити частку крапельної складової і рівень напружень.

Здобувачка Романюк С. П. обґрунтувала, що поліпшити властивості захисних покриттів на ріжучому інструменті можливо за рахунок створення композиційних або багатошарових наноstrukturних покриттів. Нанесення багатошарових покриттів з чергуванням більш м'якого та твердого шару сприяє релаксації напружень, підвищує зносостійкість та перешкоджає формуванню недоліків, пов'язаних зі стовбчастою структурою іонно-плазмових наноstrukturних покриттів. Відмінності сформованої структури покриттів та якість вихідного стану поверхневого шару деталі істотно впливають на властивості та термін експлуатації інструмента.

Дисертантка Романюк С. П. підкреслила, що для мінімізації появи додаткових структурних дефектів необхідно забезпечити відсутність нерівностей, тріщин та

пороутворення на зміцнюваних поверхнях виробів, що надасть можливість поширити їх використання в різних галузях.

Авторка узагальнила, що результати досліджень з оптимізації параметрів нанесення зміцнюючого шару та зменшуючи дефектність будови металу покриттів можливо впливати на стійкість інструменту.

Тому дисертаційна робота, яка спрямована на встановлення науково-технологічних основ підвищення експлуатаційної стійкості інструменту у харчовій промисловості із формуванням на його робочій поверхні зміцнюючих зносостійких і модифікованих шарів з розробкою комплексного підходу до контролю якості та прогнозування особливостей структуроутворення і властивостей є важливою і актуальною.

Наведені обставини стали підґрунтям для формулювання дисертанткою Романюк С. П. актуальної науково-технічної проблеми, вирішення якої відкриває шляхи одержання високоефективних покриттів.

Представлені факти характеризують тему рецензованої дисертації як *актуальну*, та підтверджують її відповідність вимогам за ознакою «актуальність обраної теми дисертації».

Оцінка обґрунтованості наукових положень дисертації, висновків і рекомендацій, їх достовірність і новизна

Обґрунтованість наукових положень дисертаційного дослідження Романюк С. П., їх об'єктивність і переконливість, ґрунтовність висновків та рекомендацій, сформованих за результатами роботи, обумовлені використанням для їх одержання великої кількості різнопланових методів досліджень та сучасного експериментального обладнання.

Серед них використовувався системний підхід до аналітичних та експериментальних напрямів досліджень на основі аналізу й узагальнення виконаних розробок з використання матеріалів і технологічних процесів, спрямованих на підвищення експлуатаційної стійкості інструменту, що працюють в складних умовах експлуатації.

Вагому частину роботи авторка присвятила новому комплексному підходу до експериментальних та теоретичних досліджень і промислових випробувань з використанням сучасних й нових методів і розробок для всебічного аналізу з визначення закономірностей структуроутворення та оцінки якості інструменту.

Такий підхід спрямований на встановлення ефективних параметрів і технологічних процесів нанесення покриттів та вибору матеріалу для зміцнення з урахуванням умов схильності до пошкодження і руйнування при експлуатації двох типів різальних інструментів: тонкостінного дискового зі сталі 65Г – для подрібнення горіхів та ножів зі сталі X12 – для розрізання металізованої плівки при загортанні цукерок. Окрім цього за потреби відновлення зношеної поверхні інструмента зі сталі X12 авторкою дисертації розроблено заходи наплавлення із компенсацією зношеного шару та його модифікуванням вторинною сировиною з алмазною фракцією.

Результати досліджень дозволили дисертантці Романюк С. П. розробити новий підхід до створення нанопокриттів для зміцнення інструменту та обґрунтувати закономірності формування структури і властивостей покриттів.

Авторка дисертації проводила розгалужені дослідження на основі фундаментальних положень матеріалознавства, фізичного металознавства та термічної обробки металів. Експериментальні дослідження та промислові випробування виконано на сучасному устаткуванні та вимірному обладнанні. В дисертаційній роботі використовувались сучасні методи досліджень, а саме: дослідження структури та властивостей покриттів здійснювали методами оптичної та скануючої електронної мікроскопії, мікрорентгеноспектрального, рентгенофлуоресцентного та рентгеноструктурного аналізів, методи визначення механічних властивостей на мікро- та нанорівні з використанням приладу «Nanoindentor G200» і методу CSM з автоматичним безперервним записом діаграми індентування, методи магнітного неруйнівного контролю, теоретичні дослідження металографічних зображень з використанням сучасної комп'ютерної програми Thixomet

Про, чисельний метод розв'язування задач з вирішенням диференціальних рівнянь і нові розроблені підходи математичного опису ступеня неоднорідності поверхневого робочого шару інструмента, методи комп'ютерного моделювання процесів зміни структуроутворення, що відбуваються у робочому шарі захисних покриттів в умовах тертя та зношування, кореляційно-регресійний аналіз з визначенням впливу змін на зносостійкість. Ефективність розробленого нового комплексного підходу підтверджували експериментальним шляхом в реальних умовах харчової промисловості.

Достовірність одержаних у дисертаційній роботі результатів, положень, висновків і рекомендацій підтверджено співпадінням результатів, отриманих різними експериментальними та аналітичними методами, застосуванням сучасного високоточного експериментального обладнання, а також апробацією результатів досліджень в умовах виробництва, про що свідчить затверджена технічна документація, яку наведено у «Додатках» до дисертації.

Результати досліджень, що отримані авторкою з використанням перелічених методів, надали надійну і взаємоузгоджену інформацію про особливості структуроутворення та комплекс властивостей вискоефективних покриттів, одержаних за розробленими технологіями, відпрацьованими в процесі виконання дисертації.

Обґрунтовані положення і висновки рецензованої роботи не вступають у протиріччя з фундаментальними основами матеріалознавства, металознавства та термічної обробки металів.

Реалізація поставленої в роботі мети дозволила Романюк С. П. одержати низку нових результатів, що являть собою наукову новизну дисертації.

Вважаю за необхідне наголосити на найважливіших положеннях:

Вперше:

– запропоновано комплексний підхід контролю якості різального інструмента у вихідному стані, після його зміцнення та експлуатації, що дозволило виявляти зміни структуроутворення, рівень виникаючих напружень та деградацію металу за анізотропією властивостей;

– для підвищення якості робочої поверхні та зниження втомної пошкоджуваності при тривалій експлуатації тонкостінного різального інструмента запропоновано циклічне нанесення нітридного наноструктурного шару іонно - плазмовим методом з використанням ВЧ розряду, що запобігає його перегріву;

– проаналізовано характер деградації структури інструмента при експлуатації зі сталі X12 та виявлено особливості руйнування робочого шару за рахунок карбідної фази. Встановлено, що під дією деформації відбувається фрагментація дрібних карбідів, їх упорядкування та інтенсифікуються дифузійні процеси, що призводить до зниження концентрації вуглецю і хрому в спецкарбідах. Деградація дрібних карбідів, розташованих під кутом 45° , які відповідають навантаженню тиском, призводить до формування тріщин та руйнування робочої поверхні;

– запропоновано використання багат шарового наноструктурного покриття ZrN/ZrO_2 , в якому шари з нітриду цирконію забезпечують необхідну зносостійкість, а керамічні – сприяють захисту від корозії. Ефективність цього процесу забезпечує невелика частка крапель розміром до 8-10 мкм в шарах ZrN , границі яких викришуються, а кисень з підшару ZrO_2 дифундує та заповнює порожнини і при експлуатації поновлює зношені вторинні захисні плівки;

– теоретичними дослідженнями оцінено локальну структурну неоднорідність робочої поверхні в експлуатації, що дозволило виявити певні ділянки, в яких відбуваються процеси дифузії, виникають локальні деформації, формуються дефекти будови (краплі, порожнини, мікротріщини), відбувається розмежування зон напруження й розрядження структури і зміни концентрації компонентів та їх границі є осередками зародження пошкоджуваності;

– для прогнозування особливостей структуроутворення, яке відбувається на зміцненій покриттям поверхні в умовах тертя, на основі теоретичних та експериментальних досліджень розроблено новий підхід з виявленням поєднань нестабільних фазових складових, що зазнають найбільших змін в процесі експлуатації й визначають їх зв'язок зі зносостійкістю.

Удосконалено:

– на основі комплексних теоретичних досліджень металографічних зображень за допомогою сучасної комп'ютерної програми Thixomet Pro, а також спеціально розробленого і вдосконаленого оптико-математичного методу виявлено зміни фазового складу й деградації структури за мінливістю характеристик кольорів, пов'язаних з процесами, які виникають в період експлуатації. Встановлено, що під дією виникаючих напружень руйнуються менш стабільні структурні складові та зменшується кількість загальної частки карбідної фази, яка відрізняється концентрацією в ній основних компонентів.

Отримало подальший розвиток:

– для очищення робочих поверхонь тонкостінного різального інструмента перед нанесенням зміцнюючого покриття та збереження його планшетності при використанні запропоновано параметри технології циклічної обробки ВЧ розрядом.

На мій погляд, наведені наукові результати позитивно характеризують напрацювання дисертантки Романюк С. П. і свідчать про вагомість одержаних результатів та узагальнень, що дозволило авторці розробити науково-технологічні основи формування структури і властивостей при зміцненні нанопокриттями інструменту.

Значимість результатів дисертаційної роботи для науки і практики

Наукова та практична значимість дисертації Романюк С. П. полягає в тому, що авторкою на основі комплексних і різносторонніх досліджень запропоновано параметри технології зміцнення тонкостінного різального інструмента покриттям TiN для подрібнення горіхів, що дозволяє збільшити його експлуатаційну стійкість до 210 разів у порівнянні з дисковими ножами зі сталі 65Г діючого виробництва. Для оцінки якості покриттів розроблено та використано методи неруйнівного контролю інструментів, що забезпечують своєчасне виявлення напружень та початок деградації металу. Це дозволяє запобігти використанню таких ножів при експлуатації та уникнути руйнувань інструментів, що працюють в єдиному блоці.

Дисертанткою Романюк С. П. реалізовано наукові розробки з підвищення рівня властивостей та експлуатаційної стійкості пакувального інструменту зі сталі X12, що працює в умовах зношення та корозійного впливу у спряженні, для зміцнення та відновлення якого обґрунтовано ефективність використання багат шарового наноструктурного покриття ZrN/ZrO₂.

Впровадження такої технології у виробництво сприяло більш стабільній роботі інструмента при експлуатації (до 14 разів), який використовується для розрізання металізованої плівки при пакуванні цукерок.

Наукові напрацювання здобувачки Романюк С. П. захищено 12 патентами України та використовуються на харчовому підприємстві ПАТ «Кондитерська фабрика «Харків'янка».

Слід також зазначити, що важливим практичним напрацюванням дисертантки є результати впровадження розробок у виробництво. Економічний ефект від впровадження запропонованих розробок, який базувався на фактично досягнутому підвищенні стійкості різальних інструментів в експлуатації та складає 151899,2 грн. Очікуваний економічний ефект від використання розробленої технології зміцнення в масштабах трьох великих українських підприємств з аналогічним обладнанням становитиме 455697,6 грн.

Окрім цього отримані методики дослідження впроваджено у навчальний процес в лекційних курсах з дисциплін «Нанотехнології та методологія наукових досліджень» й

«Матеріалознавство та технологія конструкційних матеріалів» для бакалаврів та магістрів, які навчаються за освітньою програмою «Обладнання переробних і харчових виробництв; інженерія переробних і харчових виробництв», а також для студентів, які отримують спеціальність «Харчові технології».

Наведені вище факти переконливо свідчать про високу наукову та практичну значимість виконаного здобувачкою Романюк С. П. дисертаційного дослідження.

На мою думку, різнобічні комплексні аналітичні і експериментальні дослідження, наукові та прикладні результати яких наведено у дисертації, відрізняються системністю, коректністю та обґрунтованістю накопиченого фактажу, який отримано із застосуванням сучасних методів досліджень та устаткування, і підтверджено практичною апробацією в умовах промислового виробництва.

Повнота викладу основних результатів дисертації

Основні результати рецензованої дисертаційної роботи Романюк С. П. опубліковано у 63 наукових працях, у тому числі 19 статей у спеціалізованих наукових фахових виданнях, що входять до Переліку МОН України; 11 статей у закордонних виданнях, з яких 15 статей в журналах, що індексуються міжнародними наукометричними базами даних Scopus та Web of Science; 21 стаття в інших закордонних та вітчизняних виданнях, з яких 1 колективна монографія; 12 патентів України; 23 публікації за матеріалами доповідей на міжнародних науково-технічних конференціях.

В цілому вимоги стосовно повноти публікацій та апробації результатів дисертації здобувачки Романюк С. П. виконано у повному обсязі.

Оцінка змісту дисертаційної роботи

Дисертація Романюк С. П. складається зі вступу, 6 розділів, висновків, списку використаних джерел і додатків. Повний обсяг дисертаційної роботи викладено на 392 сторінках, у тому числі 7 додатків на 47 сторінках. Обсяг основного тексту дисертації становить 303 сторінки, 118 рисунків і 92 таблиці. Список використаних джерел нараховує 377 найменувань на 42 сторінках.

Вступ дисертації достатньо повно розкриває сучасний стан та сутність науково-технічної проблеми, аргументацію, що зумовила її постановку; дисертанткою обґрунтовано актуальність обраної теми дисертації, наведено зв'язок роботи з науковими програмами і темами, наведено мету роботи, задачі, об'єкт, предмет і методи досліджень, сформульовано наукову новизну, визначено практичну значимість одержаних результатів, наведено особистий внесок здобувача, апробацію результатів досліджень, публікації за темою дисертації та структуру роботи.

Перший розділ дисертації містить аналітичний огляд публікацій за напрямом дисертації, зокрема, авторка показала, що передчасний вихід з експлуатації різального інструменту, використовуваного в харчовій промисловості, відбувається через механізм, що включає знос, корозію і втомне руйнування. Таке руйнування деталей обладнання переробної промисловості та їх недостатня стабільність у експлуатації обумовлюють необхідність в створенні на поверхні інструменту захисних шарів. Водночас обґрунтовано, що найбільш перспективним сучасним напрямом при зміцненні та відновленні поверхонь тонкостінних та з високолегованих металів деталей є розробка і застосування нанотехнологій, а при необхідності компенсації зношеного шару – попереднім наплавленням з модифікуванням.

Авторкою дисертації подано глибокий аналіз напрацювань науковців Cavaleiro A., Hosson J. Th., Pierson H. O., Mahan J. E., Pauleau Y., Barna P. V., Lukaszewicz K., Zhang S., Bunshah R. F., Abbott S., Береснев В. М., Погребняк А. Д., Головін Ю. И., Глушкова Д. Б., Андреев А. А., Соболев О. В., Гусев А. И., Аксьонов И. И., Азаренков Н. А., Табаков В. П., Верещака А. С., Саблев Л. П., Григорьев С. Н., Білоус В. А., Купрін А. С. та ін., що присвятили свої роботи дослідженню покриттів.

Дисертантка Романюк С. П. на підставі проведеного детального аналізу інформаційних джерел та раніш одержаного експериментального досвіду зробила висновок, що одним з найбільш перспективних методів отримання зміцнюючих, захисних покриттів є спосіб фізичного осадження з парової фази PVD, який дозволяє наносити покриття на тонкостінний різальний інструмент не викликаючи його перегріву. Така технологія відноситься до екологічних і ресурсозберігаючих, і у залежності від параметрів зміцнення утворюються нанопокриття з різними кристалічними ґратками, фазами та властивостями.

Далі у цьому розділі здобувачка показала, що нітриди, карбіди та оксиди перехідних металів IV групи найбільш доцільно застосовувати як зміцнюючі покриття, в наслідок їх високої твердості, міцності та зносостійкості. Дешевим і ефективним є покриття TiN.

Авторка дисертації узагальнила, що використання такого покриття для зміцнення тонкостінних виробів потребує одержання додаткової інформації, яка пов'язана з вибором технології та параметрами його одержання, матеріалом основної деталі. Без розуміння цього спрямована зміна структурного стану і властивостей покриттів стає неможливою.

Для покриття TiN, в залежності від співвідношення кількості азоту, можливо формування різних стехіометричних та нестехіометричних фаз, найпоширенішою з яких є TiN, що має кристалічну ґратку ГЦК, а також тетрагональну ϵ -Ti₂N та деякі інші - орторомбічну Ti₃N₂, кубічну TiN₂, моноклінну Ti₄N₃ і Ti₆N₅.

Як показала дисертантка Романюк С. П., у харчовій промисловості також можливо використання цирконієвих покриттів. Азотна система цирконію може складатися з σ -ZrN_x, де $x \leq 1$ або Zr₃N₄ ($x > 1$) з орторомбічною й кубічною ґратками. При взаємодії цирконію з киснем утворюються метастабільні оксидні фази Zr₆O, Zr₃O, Zr₂O, Zr₂O₃, ZrO, серед яких найстабільніша ZrO₂, що демонструє активну поліморфну поведінку та має моноклінну, тетрагональну і кубічну модифікації. При цьому склад типу фаз покриттів в значній мірі залежить від параметрів процесу їх нанесення, включаючи метод осадження, напруги зміщення на підкладці, тиску азоту в камері, струму дуги, температури росту.

Здобувачка проаналізувала, що на фізико-механічні властивості покриттів впливають розмір зерен, залишкові напруження, стехіометрія зміцнюючих фаз, орієнтація кристалів, щільність дефектів, наявність підвищеного розміру крапельної фракції, неоднорідність розподілу хімічних елементів та фазових складових, а також товщина захисного шару.

Поліпшити властивості захисних нітридних шарів, за підсумком авторки дисертації, можна за рахунок створення композиційних або багатошарових наноструктурних покриттів. Нанесення багатошарових покриттів з чергуванням більш м'якого та твердого шару сприяє релаксації напружень, підвищує зносостійкість та перешкоджає формуванню недоліків, пов'язаних з особливостями структуроутворення іонно-плазмових покриттів.

Як завершення розділу 1 здобувачка Романюк С. П. формулює головний напрямок дисертаційних досліджень та шляхи вирішення поставлених завдань, а саме, оскільки існує неоднорідний вплив різних технологій на формування структуроутворення зміцнюючих покриттів, важливим є проведення комплексних теоретичних та експериментальних досліджень з розробкою ефективних параметрів технології зміцнення інструментів, які дозволять підвищити рівень функціональних властивостей робочої поверхні й мінімізувати неоднорідність покриття, знизити частку крапельної складової і рівень напружень.

На мою думку, аналіз інформаційних вітчизняних і закордонних джерел та наступні узагальнення аналітичної інформації, що виконані шляхом критичного аналізу, дозволили дисертантці Романюк С. П. переконливо обґрунтувати доцільність виконання досліджень з означеної теми, визначити мету і завдання роботи та окреслити шляхи їх реалізації.

Другий розділ дисертації присвячено важливим методологічним аспектам наукового дослідження. Авторка наводить відомості про нові підходи та методики комплексних теоретичних, експериментальних і технологічних досліджень для виконання поставленої мети.

На основі сформованих мети і завдань досліджень розроблено методологію їх проведення, яка представлена діаграмою Ісікави, де наведено загальні напрями досліджень дисертаційної роботи.

У цьому розділі дисертації дисертантка Романюк С. П. зосереджується на проведенні досліджень пакувального інструмента для розрізання металізованої плівки, який встановлений на машині моделі MC1DT-T для загортання цукерок, компанії MC Automations (виробництва Італія), хімічний склад якого відповідає інструментальній високолегованій сталі X12, а також продовжено вдосконалення технології зміцнення тонкостінних дискових ножів зі сталі 65Г для подальшого збільшення їх експлуатаційної стійкості.

На основі проведеного аналізу існуючих сучасних досліджень з урахуванням геометричних параметрів і властивостей металу інструментів, здобувачка розробила ефективні параметри технології нанесення покриттів іонно – плазовими методами для підвищення їх властивостей.

Дисертанткою було запропоновано загальний комплексний методологічний підхід оцінки впливу різних факторів на особливості структуроутворення і їх вплив на властивості покриттів.

Для цього використовувалась методи оптичної та скануючої електронної мікроскопії, мікрорентгеноспектрального, рентгенофлуоресцентного та рентгеноструктурного аналізів, методи визначення механічних властивостей на мікро- та нанорівні, методи магнітного неруйнівного контролю, теоретичні дослідження металографічних зображень з використанням сучасної комп'ютерної програми Thixomet Pro, чисельний метод розв'язування задач з вирішенням диференціальних рівнянь, методи комп'ютерного моделювання процесів зміни структури покриттів в умовах тертя та зношування, кореляційно–регресійний аналіз.

Застосування вказаного широкого спектру використаних методів детально описано дисертанткою.

На мій погляд, розділ 2 дисертації Романюк С. П. є надзвичайно значущим розділом, який розкриває обґрунтований напрям досліджень та методи вирішення задач, поставлених у роботі.

Наведене ілюструє системний та послідовний підхід здобувачки до вирішення важливої науково-технічної проблеми, що поставлена у дисертації.

З моєї точки зору, сформована дисертанткою Романюк С. П. методика проведення всебічних досліджень, що викладена у розділі 2, забезпечила одержання достовірних та коректних результатів.

Вважаю, що загалом даний розділ дисертації Романюк С. П. показує чіткі, послідовні та логічні шляхи реалізації поставленої мети роботи, підтверджує здатність авторки ставити і розв'язувати складні наукові і прикладні завдання, застосовувати найсучасніші методики та апаратне забезпечення, співставляти і аналізувати результати, що одержані різними методами, та узагальнювати на їх основі коректні висновки. Це демонструє системний підхід дисертантки до вирішення складних науково-технічних задач.

У третьому розділі авторка зосереджується на дослідженнях деградаційних процесів в різальних інструментах та розглядає шляхи підвищення якості і стабільної зносостійкості тонкостінного різального інструмента для подрібнення горіхів та пакувального інструменту, що працюють в умовах харчового виробництва.

У даному розділі дисертації Романюк С. П. було встановлено, що використання на тонкостінному ножі наноструктурного покриття сполучення TiN, яке забезпечує підвищену твердість, зносостійкість але має високу температуру плавлення. Авторкою виконано статистичну оцінку властивостей тонкостінного інструмента, виготовленого зі сталі 65Г, до та після його зміцнення. Для цього використовувався магнітний метод контролю в різних його зонах, згідно показників коерцитивної сили. Дисертанткою були розроблені нормовані показники контролю, які без зміцнення не повинні перевищувати 10,0% та було встановлено, що ця границя перевищується у 80% випадків. Зроблено висновок, що при наявності в

структурі дефектів, виявлених після нанесення покриття, цей показник в локальних зонах збільшується до 42,0%. Це сприяє перегріву при зміцненні та зниженню його властивостей.

Аналіз деградаційних процесів показав, що циклічні навантаження при експлуатації супроводжуються втомним характером руйнування та корозійною пошкоджуваністю робочої поверхні. За допомогою комп'ютерної програми Thixomet Pro та спеціально розробленого і вдосконаленого оптико-математичного методу здобувачкою були виявлені зміни фазового складу, деградацію структури за зміною колірних характеристик карбідної фази, пов'язаною з процесами, які виникають в період експлуатації.

Використовуючи сучасний чисельний метод розв'язування задач з вирішенням диференціальних рівнянь та обчисленням диференціальних рівнянь з частинними похідними, авторкою теоретично встановлено, що максимальна дифузія хімічних компонентів та формуючі структурні зміни характерні для зображень з пошкоджуваністю у вигляді мікротріщин.

Окрім цього у даному розділі дисертації здобувачкою виявлено локальну неоднорідність анізотропії властивостей, які залежні від змін у структуроутворенні. На основі цих статистичних оцінок після експлуатації були проведені теоретичні дослідження, згідно змін мікротвердості, для прогнозування стабільності інструмента.

Як переконливо показала дисертантка, неоднорідність структури, яка отримана при математичному моделюванні, відповідає експериментальним вимірам на зображеннях, як з оптичного, так і з електронного мікроскопів, а також має близькі значення до результатів анізотропії, одержаних при експлуатаційних випробуваннях. Тому для своєчасного контролю структурного стану різального інструмента на всіх етапах його життєвого циклу було запропоновано визначення анізотропії властивостей та структуроутворення на макро- і мікрорівні з оцінкою їх змін в процесі експлуатації.

Проведене дослідження засвідчило, що для стабільної роботи інструменту середнє значення локальних показників анізотропії властивостей та їх зміни повинні знаходитися в інтервалі від 10 до 30%. Зони з меншою анізотропією в більшій мірі, в той же час суттєве локальне підвищення даного показника характеризує зони з максимальним ступенем деградації структури металу.

Грунтовний аналіз отриманих здобувачкою результатів показав їх ефективність для використання при розробках нових комплексних технологій одержання покриттів, з одержанням необхідного рівня їх властивостей.

На мій погляд, викладені у розділі 3 результати та обґрунтовані висновки ілюструють важливість отриманого фактажу і його узагальнення не тільки у науковому, але й у практичному плані, коли відкривається можливість цілеспрямовано формувати структуру досліджених покриттів та керувати їх функціональними характеристиками технологічним шляхом.

Четвертий розділ дисертації демонструє результати застосування нанопокриттів для підвищення експлуатаційної стійкості інструменту у харчовому виробництві, та розглядається вплив параметрів зміцнення на структуру і властивості різальних інструментів для подрібнення горіхів та розрізання пакувальної плівки у кондитерському виробництві.

У тонкостінному інструменті авторкою досліджені особливості структуроутворення TiN покриття на дискові ножі зі сталі 65Г при двох технологічних процесах його зміцнення: з використанням бомбардування іонами титану (КІБ) та застосуванням ВЧ - розряду. Запропоновані авторкою технологічні заходи дозволили запобігати перегріву, а нанесення підшару чистого Ti забезпечило необхідну адгезію покриття з основним металом інструменту.

Дисертанткою встановлений важливий результат, а саме, при оцінюванні фізико-механічних характеристик вихідного металу зразка і зразка з покриттям TiN порівняльний аналіз показав істотне підвищення нанотвердості - в 6,56 разів і модуля пружності в 1,9 разів у дослідженому покритті порівняно з вихідним металом інструмента. При цьому опір пластичній деформації збільшився в 77 разів.

Для підвищення експлуатаційної стійкості і стабілізації структури пакувального інструмента зі сталі типу Х12, який працює в умовах тертя, зношування та корозійного середовища, авторка застосовувала композицію ZrO_2/ZrN . Таке поєднання шарів з різними сполуками та властивостями забезпечує необхідні споживчі властивості робочої поверхні інструменту.

На основі досліджень дисертанткою Романюк С. П. були запропоновані параметри технології зміцнення, які забезпечують отримання покриття з передбачуваною кристалічною структурою, а саме, типу NaCl, що сприяє стабілізації гомогенності властивостей покриття.

При аналізі багатшарової композиції ZrO_2/ZrN авторкою було оцінено розподіл компонентів та їх дифузію в зони вздовж границь шарів, та було виявлено, що ефективною є товщина кожного шару в композиції, яка складає $ZrO_2 \sim 4$ мкм, а $ZrN \sim 1,5$ мкм.

Виконані дисертанткою Романюк С. П. комплексні дослідження фізико-механічних властивостей наноструктурних покриттів з оцінкою їх стабільності показали, що мінімальна здатність чинити опір зсувним деформаціям при експлуатації характерна для покриття ZrO_2/ZrN , яка складала 274,48 ГПа. Це стабілізує робочий поверхневий шар інструменту та знижує схильність до розвитку дифузійних процесів.

Поданий здобувачкою аналіз результатів показує, що цей розділ дисертації Романюк С. П. займає одну з ключових позицій не тільки з наукової значущості напрацювань авторки, але і з точки зору рекомендацій виробникам та розробникам нових ефективних технологій нанесення покриттів.

У п'ятому розділі дисертанткою Романюк С. П. наводяться результати досліджень з теоретичного та експериментального оцінювання особливостей структуроутворення покриттів, в якому запропоновано новий підхід в дослідженнях структуроутворення зміцнюючих наноструктурних покриттів за електронномікроскопічними зображеннями залежно від параметрів та технологій обробки. Такий підхід авторкою використано для виявлення змін у структуроутворенні, анізотропії та локальної неоднорідності всередині шарів нітридних та оксидних фаз, з подальшим дослідженням кореляційних співвідношень між отриманими складовими та аналізом впливу кожного показника на експлуатаційну стійкість.

Порівняльний аналіз металографічних зображень зміцненої багатшаровим наноструктурним покриттям TiN поверхні інструмента за допомогою оптико - математичної обробки дозволив авторці встановити, що використання ВЧ - розряду в більшій мірі перешкоджає дифузії компонентів з основного металу та знижує її в 5 разів порівняно з вихідним станом.

Дисертанткою Романюк С. П. переконливо показано, що використання такої технології зменшує структурну неоднорідність покриття на 76,4% відносно методу КІБ і знижує швидкість деградації робочого шару, забезпечує його більшу стабільність при експлуатації.

Не менш важливим доробком здобувачки є спеціально розроблена нова програма для аналізу змін у структуроутворенні, використовуючи металографічні зображення багатшарового зміцнюючого покриття ZrN/ZrO_2 , що дозволило чітко визначити ступінь неоднорідності і рівень анізотропії розподілу фаз у покритті.

У цілому наведений авторкою дисертації фактаж розділу 5 переконує у цінності отриманих результатів і висновків не тільки у науковому, але й у прикладному аспекті, що дозволяє позитивно охарактеризувати здобувачку Романюк С. П. як ретельного науковця, що чітко окреслює та успішно вирішує найскладніші наукові та прикладні завдання і реалізує їх на практиці.

У шостому розділі дисертації представлена розгалужена інформація з промислових випробувань та впровадження розробок у виробництво.

Дисертанткою Романюк С. П. проведено промислово апробацію в реальних умовах виробництва ПАТ «Кондитерська фабрика «Харків'янка» та впроваджено результати теоретичних і експериментальних досліджень з оцінюванням ефективності запропонованих технологій зміцнення тонкостінного різального і пакувального інструментів.

Напрацювання авторки дозволили виявити пошкоджуваність деталей в умовах виробництва, висвітлити різні структурні зміни, що впливають на стійкість при експлуатації інструментів, корегувати технологічні параметри процесу їх зміцнення та забезпечити стабільність використання.

На мою думку, це є надзвичайно важливим доробком здобувачки з погляду реалізації наукових результатів на практиці.

Так, для умов промислового виробництва ПАТ «Кондитерська фабрика «Харків'янка» авторкою розроблена нова технологія зміцнення тонкостінного різального інструмента зі сталі 65Г покриттям TiN з використанням ВЧ – розряду. Комплексними дослідженнями структури з оцінюванням фізико-механічних властивостей, якості металу інструменту виявлені основні чинники зміни його стійкості в широких межах від 10 до 210 змін експлуатації. Порівняльний аналіз показав, насамперед, термін експлуатації тонкостінного інструменту у вихідному стані зі сталей 20X13 та 65Г складав лише 1-2 зміни. Проте, нанесення зміцнюючого покриття TiN дозволило суттєво підвищити його довговічність. Дисертантка встановила, що досягнення терміну експлуатації до 210 разів можливо лише при використанні якісного холоднокатаного металопрокату для виготовлення інструмента, підкресливши, що інструмент зі сталі 65Г у зміцненому стані працював від 10 до 210 змін. Це надзвичайно важливий практичний результат, отриманий в ході виконання дисертаційного дослідження.

Окрім цього здобувачкою запропоновано спосіб неруйнівного контролю якості, що дозволяє виявити рівень виникаючих напружень у тонкостінному різальному інструменті, як в новому, так і при нанесенні нанопокриттів, а також виявити зміну однорідності властивостей вздовж всієї поверхні дискового виробу.

На моє переконання, отримані дані дозволяють оцінити доцільність їх подальшого використання в умовах експлуатації, а також коригувати технологічні параметри зміцнення, що є вельми значущим результатом авторки дисертаційної роботи.

Також у розділі 6 наведено результати економічної ефективності виконаних розробок на основі їх впровадження на підприємстві харчової промисловості ПАТ «Кондитерська фабрика «Харків'янка» для двох видів різального інструмента: тонкостінного дискового зі сталі 65Г та із високовуглецевої легованої - X12. Економічний ефект від впровадження запропонованої технології зміцнення покриттям TiN з використанням ВЧ-розряду для тонкостінного різального інструменту зі сталі 65Г становить 89363,5грн. Впровадження різального інструмента зі сталі X12 з покриттям ZrO₂/ZrN, нанесеного іонно – плазмовим методом з використанням криволінійного фільтру, дозволили отримати економічний ефект у розмірі 62535,7 грн. Сумарний економічний ефект запропонованих розробок в умовах підприємства на обладнанні закордонних моделей становить 151899,2 грн. Очікуваний економічний ефект при використанні розроблених технологій зміцнення ножів в масштабах трьох великих українських підприємств з аналогічним обладнанням буде сягати 455697,6 грн.

На мою думку, викладені у розділі 6 дисертації результати ілюструють такий важливий і невід'ємний бік роботи, як реальну можливість інженерної реалізації наукових напрацювань здобувачки Романюк С. П.

У додатках до дисертації, що рецензується, представлено затверджену технічну документацію, яка підтверджує застосування наукових напрацювань на промисловому виробництві харчової галузі, та наведено допоміжну інформацію, що була одержана в ході виконання роботи.

Зауваження по дисертаційній роботі

Окрім викладених вище позитивних якостей рецензованої дисертації Романюк С. П. необхідно зробити наступні зауваження по роботі:

1. У рубриці «Актуальність теми» авторка подає важливу інформацію щодо особливостей структури і властивостей покриттів, що чинить безпосередній вплив на довговічність зміцненого інструменту.

Втім, на жаль, ґрунтовної мотивації, виконаної на основі критичного аналізу існуючих відомостей і які зумовили обирання саме цієї теми роботи, представлено у вкрай стислому вигляді без вагомих обґрунтувань щодо не вирішених питань з означеної теми, як це рекомендують нормативні документи з підготовки автореферату і дисертації.

До того ж, на жаль, в рубриці «Актуальність теми» дисертантка не сформулювала проблему, на вирішення якої спрямована дисертаційна робота, і не зазначила у «Загальних висновках», що ця проблема вирішена.

2. Розділ 2 дисертації є одним із значущих розділів роботи, де дисертанткою висвітлюються методологічні підходи до вирішення поставлених завдань. Зокрема, на С. 100–102 дисертації наведено різні склади зміцнюючих компонентів, зокрема, TiN, ZrO₂/ZrN тощо, які застосовувались для нанесення покриттів.

Проте, на жаль, у дисертації не обґрунтовано вибір саме таких типів зміцнюючих компонентів шляхом їх порівняння з іншими матеріалами, що застосовуються для аналогічних умов.

3. У розділі 3. П. 3.3.3 дисертації «Дослідження анізотропії властивостей ножів» (С. 144–145) авторка подає формули (3.23, 3.24).

Залишилось не зрозумілим які складники входять до цих формул, оскільки не розшифровано символи.

4. За результатами експериментальних і теоретичних досліджень анізотропії здобувачка робить висновок (С. 149), що «...для стабільності інструменту показник анізотропії повинен бути в межах від 10 до 30%».

Втім, на жаль, дисертантка не наводить пояснень як цей показник можна використовувати на практиці?

5. Як відомо, для збільшення рівня властивостей поверхневих шарів деталей шляхом нанесення покриттів будь-якого складу і будь-яким електрохімічним або електрофізичним способом важливим чинником при оцінюванні тривалості роботи таких покриттів є їх адгезія до основного металу.

Проте, на жаль, в роботі не представлені результати досліджень величин зчеплення покриттів з поверхнею основного металу, що не дає змогу повною мірою оцінити довговічність таких покриттів.

6. У розділі 3 дисертації на С. 150 дисертації та на С. 15 автореферату авторка зазначає, що «...для забезпечення високого рівня експлуатаційних показників коерцитивна сила повинна дорівнювати 56,0 Н_с з допустимим відхиленням не більше ніж 7-10%». По-перше, краще було б подати конкретну величину коерцитивної сили у А/м або її діапазон, а по-друге, які саме і у яких регламентованих величинах є «високі експлуатаційні показники», які мають бути досягнуті?

7. У розділі 4 дисертації (С. 157) авторкою запропоновано 2 методи очищення і зміцнення різального інструменту: з використанням іонного бомбардування іонами Ті (КІВ-метод) та з використанням ВЧ-розряду.

Однак, на жаль, авторка не надала ґрунтовних пояснень чому були запропоновані саме ці методи.

8. Дисертантка справедливо відзначає по всьому тексту автореферату і дисертації, що досліджуваний ріжучий інструмент працює в умовах тертя і зношування.

Так, у розділі 6 дисертації авторка подає результати теоретичних досліджень та експериментальних триботехнічних випробувань розроблених покриттів. При цьому зазначається, що були обрані «...оптимальні параметри стендових випробувань».

Втім чомусь не вказано конкретно які були умови триботехнічних випробувань: які навантаження на пару тертя, які швидкості, та які можуть виникати температури на поверхнях контакту залежно від умов тертя, що, у свою чергу, істотно впливатиме на деградацію поверхневої структури.

Оскільки, як відомо, і коефіцієнт тертя, і інтенсивність зношування одного й того ж самого матеріалу будуть вельми різними залежно від умов тертя.

9. Авторка дисертації також вказує у тексті роботи, що ріжучий досліджуваний інструмент піддається корозійному впливу у процесі експлуатації.

Проте, на жаль, здобувачка не представила результати порівняльних корозійних випробувань інструменту з нанесеним покриттям, що не дозволяє оцінити такий важливий показник як корозійна стійкість.

10. Важливим доробком авторки є впровадження результатів дисертаційного дослідження у виробництво, про що свідчать відповідні документи, які наведені у додатках до дисертації. Втім, на жаль, авторка не надала розрахунку економічного ефекту, що підтвердив би його цифру.

11. На жаль, окремі висновки до розділів дисертації носять констатаційний, вельми реферативний характер, лише як стислий опис того чи іншого розділу, без належного обґрунтування отриманих теоретичних і експериментальних даних, що не дає змоги читачеві однозначно оцінити чи то є позитивний результат, який відкриває шляхи для збільшення якості інструменту, чи то є негативний результат, що передбачає застосування інших заходів для його запобігання.

Наприклад, у висновку №2 до розділу 4 серед іншого авторка лише констатує, що «За рахунок формування порожнин та на границях крапель суттєво знижена концентрація титану з 70,79-74,58% до 41,93-44,54% та одночасно в дефектах присутні зайві компоненти Al, Si, S, Ca, а кількість вуглецю досягає 18,17%». Виникає питання: на що це впливає і як?

12. На жаль, по тексту дисертації і у авторефераті трапляється дещо не коректний переклад з російської на українську мову.

Так, у розділі 3 дисертації п. 3.3. на С. 136 дисертації має назву «Дослідження мінливості фізико-механічних характеристик інструмента зі сталі X12 в процесі експлуатації». Слово «мінливість» у даному випадку недоречно, слід було написати «Дослідження зміни фізико-механічних характеристик...».

У розділі 4 на С. 194 дисертації (Рис. 4.30) та на С. 17 автореферату (Рис. 6) авторка використовує у підпису підпису термінологію «Діаграма впровадження індентора...».

Натомість коректно було б написати «Діаграма заглиблення (або проникнення) індентора...», як це було вірно зроблено при описі, наприклад, Рис. 3.15 у дисертації.

На С. 153 дисертації авторка використовує словосполучення «...приватні похідні...».

Втім, треба писати «.. диференціальне рівняння з частинними похідними...».

Загальні висновки по дисертації

Дисертація Романюк С. П. є завершеною науковою працею, при виконанні якої були одержані нові науково обґрунтовані результати, що у сукупності вирішують актуальну науково-технічну проблему, пов'язану зі створенням науково-технологічних основ формування структури і властивостей різального інструменту при його зміцненні нанопокриттями.

Основні результати дисертаційної роботи достатньо повно опубліковані у наукових фахових і міжнародних виданнях, що індексуються наукометричними базами даних Scopus та Web of Science, і широко апробовані на міжнародних науково-технічних та практичних конференціях.

Результати досліджень і напрацювання, що входили до кандидатської дисертації Романюк С. П., не використовуються у представленій докторській дисертації.

Зміст автореферату дисертаційної роботи Романюк С. П. є ідентичним до основних положень дисертації.

Вважаю, що дисертаційна робота «Експериментальні та технологічні основи формування структури і властивостей при зміцненні нанопокриттями інструмента» повністю відповідає паспорту спеціальності 05.02.01 – «Матеріалознавство» та вимогам п. 9, 10

«Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 №567 зі змінами, щодо докторських дисертацій, а її авторка – **Романюк Світлана Павлівна** заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за означеною спеціальністю.

Офіційний опонент,
професор, доктор технічних наук,
в. о. зав. кафедри технології поліграфічного виробництва
Національного технічного університету України
«Київський політехнічний інститут
імені Ігоря Сікорського»

Т. А. Роїк

Підпис професора, д.т.н. Т. А. Роїк засвідчую:
Вчений секретар КПІ ім. Ігоря Сікорського



В. В. Холявко