

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Ефимова Семена Викторовича «Разработка комплексной технологии производства крупных штамповых плит Cr-Ni-Mo-V композиции легирования для предотвращения флокеноподобных дефектов и повышения эффективности термической обработки», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям 2.6.1 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и 2.6.2 – Металлургия черных, цветных и редких металлов

Представленная работа посвящена решению важной задачи, имеющей большое значение для теории и практики производства крупных поковок из легированной стали, чувствительной к образованию дефектов в виде флокенов. Отличительной особенностью работы является ее комплексный характер, обусловленный сложностью изучаемого явления и необходимостью разработки эффективных методов воздействия на металл в жидком и твердом состояниях от стадии выплавки, внепечной обработки и вакуумирования до завершения предварительной термической обработки, что позволили достичь нужный практический результат, обеспечивший радикальный прирост выхода годного при производстве сложной и уникальной продукции – крупных поковок из штамповых сталей для горячего формоизменения массой до 100 т и более. Кроме того, был научно обоснован и разработан новый эффективный режим противоблокенной обработки (ПФО), продолжительность цикла которой сокращена на 40% по сравнению с применявшимся ранее.

В обзоре литературы автором дан исчерпывающий анализ представлений о механизме образования флокенов и методов борьбы с ними, накопленный в результате работы многих поколений ученых. Показано, что несмотря на обширную историю исследований в данном направлении имеется множество нерешенных вопросов и противоречий, доказательством существования которых являлось и большое количество брака по флокенам при производстве уникальных крупных поковок из легированных штамповых сталей, что явилось отправной точкой для постановки задач исследования. Автор с большой глубиной охвата проанализировал литературу от первых исследований флокенообразования в начале 20-го века до последних в наши дни и показал, что существуют единые представления о том, что возникновение данных дефектов связано со сложным многоуровневым воздействием водорода, растворенного в стали. Тем не менее сведения о степени влияния ключевых факторов, возможностях минимизации их воздействия, конкретным механизмам образования флокенов различны. Важно, что автором последовательно систематизированы имеющиеся взгляды на влияние таких

Вх. № 1676		в ДЕЛО 1
«22» 06 2022 г.		№
Осн. 2 экз. х 6 л.		подп.

ключевых факторов, как химический состав и тип стали, исходное содержание водорода в слитке, форма слитка и дефекты его макроструктуры, загрязненность неметаллическими включениями различной природы и морфологии, уровень напряжений в изделии, способ удаления водорода из жидкой стали при вакуумировании, термический цикл при производстве и, в частности, режим ПФО.

Детальный анализ имеющихся к началу проведения работы сведений позволил сформулировать задачи исследования, направленные на решение конкретной проблемы, а именно, изучить причины образования дефектов на предприятии с выделением ключевых, провести анализ технологии и установить возможные способы ее совершенствования, разработать целевые параметры удаления водорода из жидкого и твердого металла, обосновать способы минимизации содержания неметаллических включений от выплавки до разливки, а также обосновать эффективный режим ПФО поковок.

В главе 2 подробно описаны материал и использованные методы исследования. В качестве материала взяты две массовые, близкие по составу и характеристикам марки стали для горячей штамповки 5XHM по ГОСТ 5950-2000 и 56NiCrMoV7 по EN4957-2001 с высокой чувствительностью к образованию флокенов и значительной устойчивостью переохлажденного аустенита. В таблицах диссертации и автореферата с марочным составом допущена опечатка в части содержания ванадия, максимальное содержание которого в стали 56NiCrMoV7 составляет 0,15 масс.%, а в стали 5XHM не нормируется. Тем не менее, это не имеет принципиального значения в рамках проведенного исследования. Вероятно, более важно было бы привести составы конкретных плавов, причины разрушения изделий из которых проанализирован в следующей главе. Автор использовал современные методы исследования, основанные на применении высокоэффективных чувствительных приборов для анализа содержания водорода в жидкой и твердой стали, состава и количества неметаллических включений, интервала температур фазовых превращений. При этом использовались автоматизированные приборы, позволяющие минимизировать риски ошибок субъективного характера, с одной стороны, и многократно увеличить объем выборки и, соответственно, статистическую значимость результатов, с другой стороны. Это обеспечило высокую достоверность полученных результатов.

В главе 3 приведены результаты исследования морфологии флокенов и причин их образования в изделиях, полученных по различным вариантам технологии. Было показано, что причиной дефектов ультразвукового контроля в изделиях из исследованных сталей является коллекторы водорода, которые инициируют внутризеренное хрупкое разрушение, межзеренное разрушение или разрушение по

границам дендритов наследственной структуры слитка. При рассмотрении конкретных примеров автором продемонстрированы механизмы этих видов разрушения. В ходе этой работы было показано, что при наличии в микроструктуре крупных включений различного типа и морфологии образование флокенов возможно и при очень низком содержании водорода (0,6-0,8 ppm), что означает, что минимизация содержания водорода в изделии является необходимым, но недостаточным методом повышения качественных показателей. В результате выполненного анализа типовых причин разрушения поковок были сформулированы основные способы решения проблемы, сводящиеся к совершенствованию технологии внепечной обработки с минимизацией содержания неметаллических включений в различных зонах слитка, определения оптимальных параметров вакуумирования, а также разработки рационального, эффективного и энергосберегающего режима ПФО.

В главе 4 приведены результаты анализа влияния различных параметров на эффективность вакуумирования. Показано, что зависимость имеет сложный характер и не определяется одним главным фактором. Так, приведены зависимости содержания водорода от продолжительности вакуумирования, остаточного давления, состава шлака, его основности, интенсивности перемешивания ванны и др. Интересно, что частные корреляции оказались не высоки, поскольку значения коэффициента детерминации R^2 , ошибочно названный в автореферате на стр.13 среднеквадратичным отклонением, варьируется всего в пределах 0,0455-0,32. При этом полученное результирующее уравнение многофакторной регрессии, приведенное на стр.99, позволяет прогнозировать остаточное содержание водорода в жидкой стали в условиях производства ОМЗ-Спецсталь с высокой точностью ($R^2=0,82$). В результате были определены оптимальные условия и технологические приемы подготовки (обработки) расплава жидкой стали для вакуумирования с предварительным введением углеродсодержащих материалов, интенсивным перемешиванием расплава аргоном, управлением составом шлака. Кроме того, было проанализировано и смоделировано распределение водорода по зонам слитка, что показало неоднородность его концентраций (до 3-х кратной между донной и прибыльной частями слитка). Также был сделан важный вывод о целевом содержании водорода в слитке не выше 0,4-0,5 ppm при условии проведения ПФО.

В главе 5 приведены результаты исследования количества, состава и трансформации неметаллических включений на этапах от выплавки до готового слитка. Были предложены различные варианты обработки расплава с отбором проб для анализа состава и количества включений последовательно по технологии: перед введением кальцийсодержащих материалов, до начала вакуумирования, после вакуумирования, перед разливкой, при разливке и в различных зонах слитка. Было

показано, что наиболее чистый металл может быть получен при использовании предварительного раскисления углеродом за счет ввода в форме карбида кальция или при использовании вакуум-углеродного раскисления. Были определены предельные рекомендованные содержания серы в 0,003 масс.% и необходимость использования кальцийсодержащих модификаторов при больших концентрациях. Кроме того, было доказана необходимость предотвращения вторичного окисления металла при разливке, приводящее к критическому росту загрязненности по НВ.

В главе 6 проведен анализ используемых режимов ПФО, применявшейся на предприятии с целью оптимизации ее режимов с учетом кинетики фазовых превращений. Автор, основываясь на представлениях о необходимости проведения ПФО для максимального распада аустенита по первой ступени при высоких температурах, исследовал кинетику превращений в стали марки 56NiCrMoV7 при охлаждении от 1200 °С, что соответствует температуре нагрева для горячей деформации, и от 860 °С, что соответствует температуре, рекомендованной для аустенитизации при ПФО. Было установлено, что кинетика и температурный интервал превращения по первой ступени в этих случаях существенно отличается. Были определены целевые скорости охлаждения после аустенитизации при каждой из температур, а также интервалы наиболее интенсивного распада аустенита по первой ступени, что позволяет избежать формирования бейнита. В результате был обоснован укороченный режим обработки поковок, для которого проведено моделирование удаления водорода в различных зонах крупной поковки. В результате моделирования показан одинаковый уровень содержания водорода в поковке при ПФО по штатному и разработанному режимам. Практическое опробование и последующее внедрение разработанного режима ПФО показало его высокую эффективность с точки зрения предотвращения образования флокенов и существенную экономию ресурсов за счет сокращения общего времени.

Автором сформулированы обоснованные выводы по работе, которые основаны на результатах отдельных этапов, что позволило выявить механизм образования флокенов в крупных поковках из легированных штамповых сталей, определить ключевые параметры, разработать подходы для исключения образования таких дефектов, реализовать решения в виде комплексной научно-обоснованной технологии, что было подтверждено практикой производства уникальных изделий. Было проведено 160 плавов, в результате которых получено снижение уровня брака с 50 до 1,1%, что подтверждает правильность научных выводов и высокую практическую значимость работы. Научная новизна работы не вызывает сомнений. Она состоит в определении ключевых факторов, определяющих возможность образования флокенов в поковках из легированных штамповых сталей. При этом показано, что решение задачи получения бездефектного металла может иметь только

комплексный характер, поскольку сформулированные ранее представления о предотвращении флокенообразования при содержании водорода менее 1,5 ppm не дают полной картины явления. Предложены, доказаны и апробированы методы обработки стали на всех стадиях производства, позволяющие минимизировать риски образования флокенов в исследованных сталях.

Работу отличает большой объем, она изложена на 223 страницах, содержит 166 рисунков и 35 таблиц. Список литературы охватывает 120 источников. Содержание автореферата соответствует тексту диссертации. Диссертация изложена грамотно, четко и однозначно, сделанные выводы по отдельным главам и работе в целом обоснованы, интерпретация результатов не вызывает сомнений. По тексту имеется некоторое количество опечаток. Например, наименование прибора для определения концентрации водорода на стр. 62, 69, 89 отличаются – Hydrys, Hidrys, Hidrys. Имеются неудачные термины, например, на стр. 77 «...структура, состоящая из смеси бейнита и феррито-перлита». На стр.94 остаточное давление приведено в ppm, а не мм рт. ст. как на остальных рисунках того же типа. Список литературы приведен не в порядке цитирования, первая ссылка по тексту [20].

К работе имеется ряд замечаний.

1. Использование двух одинаковых по смыслу работы аббревиатур ПТО – предварительная термическая обработка и ПФО – противфлокенная (термическая) обработка затрудняют чтение работы, поскольку только на первой странице 6-й главы впервые написано прямо, что это тождественные понятия. При этом вплоть до раздела 3.3.3 на стр.78 используется термин ПФО, который затем без разъяснений сменяется на ПТО. Также терминологически начало ПТО (ПФО) определено в первом абзаце раздела 6.1 и рис.6.2 как после накопления и переохлаждения, однако в последующем подписи к ряду рисунков, например, 6.4, 6.5, 6.71, 6.79 и др. предполагает, что ПТО начинается уже с накопления.
2. Приведенные на рис.5.1, 5.8, 5.17 данные о количестве неметаллических включений показывают, что перед разливкой количество сульфидов меньше, чем даже в донной части слитка. Если в части оксидов аналогичные изменения объяснены вторичным окислением, то по сульфидам объяснения отсутствуют. Можно предположить, что поскольку моно-сульфиды встречаются редко, то прирост количества в слитке обусловлен также вторичным окислением с формированием окисульфидов.
3. При построении термокинетических диаграмм распада переохлажденного от 1200 и 860 °С аустенита отмечено заметное отличие температур распада по первой ступени и, соответственно температур начала интенсивного превращения (см. рис.6.14 и 6.39). При этом при разработке новой технологии

ПФО обоснована целесообразность применения одной и той же температуры изотермической выдержки - 670 °С как на стадии накопления, так и для изотермической выдержки после повторной аустенитизации. В тексте не приведены подробные объяснения таким отличиям.

Указанные вопросы и замечания не нарушают целостность работы и не снижают ее ценность. Диссертация выполнена на высоком научном уровне, является завершённым исследованием, в котором научно обоснована разработка важного технологического решения, а именно комплексная технология, позволяющая исключить образование флокенов в крупных поковках из легированных штамповых сталей, и соответствует требованиям Положения о присуждении ученых степеней №842 от 24.09.2013 (в редакции от 01.10.2018г, Постановление Правительства РФ №1168), основные результаты опубликованы в авторитетных научных изданиях, а личный вклад автора не вызывает сомнений. Автор заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальностям 2.6.1 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и 2.6.2 – Металлургия черных, цветных и редких металлов.

Генеральный директор
акционерного общества
«Русский научно-исследовательский
Институт трубной промышленности»
(АО «РусНИТИ»)
доктор технических наук, доцент



30 мая 2022г.

Пышминцев Игорь Юрьевич

Подпись Пышминцева Игоря Юрьевича
заверяю:

Менеджер по персоналу
454139, Челябинск, Новороссийская, 33.
Тел/факс +7(351)7347060 E-mail: secretariat@tmk.ru



М.Э.Ляпина

30 мая 2022г.