

## **ОТЗЫВ**

официального оппонента на диссертацию «Теоретические и технологические аспекты энергосберегающей противоблоксной обработки поковок с использованием внепечного замедленного охлаждения в термосах с учетом эффекта захвата водорода ловушками», представленную Шабуровым Андреем Дмитриевичем на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

### ***Общая характеристика работы***

На отзыв представлена диссертация, состоящая из введения, 4 глав, выводов по главам, общего заключения, списка использованных источников из 118 наименований, изложенная на 162 страницах машинописного текста. Она включает 36 иллюстраций, 6 таблиц и 4 приложений на 17 страницах, содержащие информацию об исследованиях автора на тему флокенообразования в конструкционных низко- и легированных сталях. Несомненным достоинством представленной диссертации является сочетание теоретического и практического опыта предыдущих исследователей с собственным анализом, критикой и развитием научного наследия в условиях промышленных объектов – ОАО «Уральская кузница» и ОАО «Челябинский металлургический комбинат». Представлен также автореферат диссертации.

Следует отметить, что наименование работы «...с учетом эффекта захвата водорода ловушками» фактически не учитывается в практических результатах диссертации.

### ***Актуальность диссертационной работы***

Актуальность диссертационной работы Шабурова А.Д. не вызывает сомнения и заключается в решении научно-технологической задачи – разработки энергосберегающей технологии поковок из низко- и легированных конструкционных сталей машиностроительного назначения с повышением производительности производства поковок с обеспечением их высокого качества на базе изучения закономерностей влияния водорода на формирование хрупкости стали и сокращения времени противоблоксной обработки. Кроме этого, в диссертации рассматривается также и другой способ снижения явления водородной хрупкости – способ связывания диффузионно-подвижного водорода различными типами «ловушек».

### ***Научная новизна результатов исследований***

В диссертации сформулирована следующая научная новизна работы:

1. Развита теория диффузионного выделения водорода из стали в процессе охлаждения поковок в термосе с небольшой скоростью. Получена точная формула для времени, на которое можно уменьшить длительность противоблоксного изотермического отжига в печах при использовании термосов.

2. Исследованы процессы ползучести при различных температурах и напряжениях в стали 40ХГМ и получено уравнение ползучести, позволяющее рассчитать эффекты релаксации напряжений при использовании программного комплекса ANSYS.

3. Выполнен расчет напряжений, возникающих при охлаждении поковок от температуры изотермического отжига до комнатной с учетом и без учета релаксации напряжений. Учёт эффекта релаксации оказывает существенное влияние на распре-

деление напряжений и уменьшает их величину. Данный эффект приводит к смене знака от растяжения к сжатию на поверхности поковки и тем самым препятствует образованию здесь флокенов;

4. Различными методами рассчитаны энергии связи атомов легирующего элемента и водорода для широкой группы элементов в стали, которую можно рассматривать как параметр захвата легирующим элементом атомов водорода.

5. Проведен тепловой расчет термоса, важный для оптимизации конструкции и позволяющий выявить места теплопотерь.

Для всех пунктов научной новизны желательно было бы привести числовые комментарии для более конкретного подтверждения приведенных положений.

#### ***Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений***

При выполнении диссертационной работы соискатель широко и эффективно применял методы прямого эксперимента и математического моделирования, используя такие способы как метод конечных разностей (МКР), метод конечных элементов (МКЭ), метод граничных элементов (МГЭ) в программных системах обеспечения для инженерных расчетов Mathcad, ANSYS. Кроме того, им были широко использованы математический аппарат теории теплопередачи при нагреве и охлаждении металлов; теория внутренних напряжений и разрушения металлов; металловедческие методы исследования структуры; ультразвуковой контроль внутренних дефектов, в том числе флокенов.

Вышеуказанными методами теоретического и практического исследования процессов флокенообразования, качества металла поковок после противоблоксной термической обработки (ПФО) и охлаждения поковок в термосах диссертант достоверно обеспечил достоверность научно-практических результатов работы.

Так как в диссертации вторая глава посвящена продолжению литературного обзора по водороду и флокенам в сталях и оценке с помощью этих данных растворимости водорода, его диффузии, определению энергии взаимодействия водорода с легирующими элементами и давления водорода в микропорах, то применение испытательного и исследовательского оборудования и приборов не приведено в одной главе, в одном месте (обычно, именно вторая глава диссертации посвящена этим вопросам), а разбросано по всему тексту диссертации, это несколько затрудняет восприятие текста рецензируемой работы, но не является критическим.

#### ***Практическая значимость результатов диссертации***

Анализ содержания и результатов диссертационной работы показал ее высокую практическую значимость.

На основании результатов проведенных исследований по разработке и внедрению эффективной противоблоксной обработке крупных поковок из низко- и легированных сталей типа 45Г, 40ХГМ, 18ХНМА, 20ХНЗА, 35ХНЗМФА получен значительный экономический эффект, доля соискателя составила 15 % или 1 млн. 546 тыс. рублей. Время ПФО, в среднем снизилось на 15 часов для крупных поковок, остальная обработка проводится в неотопливаемых термосах. Для мелких поковок диаметром менее 500 мм в ряде случаев используется только охлаждение в термосах.

Кроме того, по результатам УЗК флокены в поковках не обнаруживаются.

***Основные положения диссертации*** хорошо апробированы: доложены и обсуждены на многих региональных, межрегиональных, международных и Российских

научно-технических конференциях. По материалам диссертации опубликовано 18 научных печатных работ (из них 11 статей в изданиях, рекомендуемых ВАК РФ), получен 1 патент на изобретение РФ.

Содержание автореферата полностью отражает основные научные положения и практическую значимость диссертации, которая изложена технически грамотным языком, иллюстрирована рисунками, таблицами, поясняющими основной текст диссертации.

### *Содержание и замечания по работе*

**Во введении** обосновывается актуальность темы, дается характеристика работы, формулируется цель и задачи исследований, отмечается научная новизна и практическая значимость.

**В первой главе** приведен достаточно полный и интересный литературный обзор по теме диссертационной работы, а именно произведен аналитический обзор литературы, проанализированы и обобщены гипотезы о природе флокенов.

Диссертантом отмечено, что при наличии разных мнений по образованию флокенов в стали основными причинами их образования являются выделение водорода и внутренние напряжения (термические, структурные и деформационные напряжения). Влияние каждого вида напряжений неоднозначно и зависит от химического и фазового состава стали, скорости охлаждения, размеров изделия и режимов термообработки и других факторов. Характер напряженного состояния определяет тип методов предотвращения флокенообразования.

Соискатель оценил особенности расположения флокенов в поковках и проанализировал влияние различных технологических факторов на их образование. Основные из них технология выплавки и разлива, химический и фазовый состав, а также термическая обработка.

Показано, что легирование стали палладием может гарантировано предотвратить образование флокенов. Также отмечен положительный эффект введения Zr, Ti, Ce и Mn.

Диссертант проанализировал различные варианты противоблокеновой термической обработки (ПФО). На большей части предприятий в настоящее время основной ПФО является изотермический отжиг, направленный на диффузионное удаление водорода из стали, основным недостатком которого является его продолжительность и, как следствие, энергозатратность. Сокращение продолжительности печного изотермического отжига стальных поволоков без образования в них флокенов является одной из главных задач исследования, приведенного в диссертации.

На основе анализа литературных данных сформулированы **цель и задачи** диссертационной работы, приведенные во введении.

#### Замечания к главе 1

1. В литературном обзоре по теме исследований нет ссылок на труды известных специалистов в области изучения поведения водорода в металлах – Колачева Б.А., Брехаря Г.П., Кащенко Ю.А., Заика В.И. Изучение и анализ трудов этих ученых могло быть полезным диссертанту при работе.

2. К сожалению, не описаны и не проанализированы данные по обратимой и необратимой водородной хрупкости. Было бы желательно рассмотреть границы между этими видами водородной хрупкости (по химическому составу металлов, ме-

тоту их деформирования и т.п.) и дать характеристику исследуемых в рассматриваемой диссертации сталей по механизму их охрупчивания. Интересен также вопрос по водородному старению сталей, также не рассмотренному в диссертации.

**Во второй главе** диссертантом рассмотрена термодинамика сплавов Fe–Y–H с взаимодействием атомов водорода и элементами замещения Y.

Растворимость водорода в сплаве при фиксированном давлении зависит только от одной величины – параметра взаимодействия (энергии связи)  $\epsilon$ , которая равна разности потенциальных энергий взаимодействия Fe–H ( $\epsilon_{\text{H-Fe}}$ ) и водорода с примесью замещения Y ( $\epsilon_{\text{H-Y}}$ ). На базе литературного анализа диссертантом показано, что в отличие от чистого железа, в котором растворимость водорода монотонно убывает с понижением температуры, сплав с палладием показывает наличие минимума растворимости в районе 450 К, а далее при понижении температуры растворимость вновь резко увеличивается. Хорошее согласие с экспериментальными результатами для сплава Fe–Pd позволило проверить его применимость и для других систем Fe–Y–H.

Автором показано, что в случае палладия, титана и ванадия, для которых наблюдается минимум растворимости, расположенный выше комнатной температуры, притяжение атомов водорода наиболее сильное. Это показывает, что при легировании ванадием и титаном эти элементы, так же как и палладий, взаимодействуют с водородом в  $\alpha$ -твёрдом растворе при условии, что эти элементы не окажутся связанными в карбиды или другие фазы.

Автором вышеуказанные энергии были оценены и по низкотемпературным измерениям коэффициента диффузии водорода в сплавах железа на основе концепции захвата. Было рассчитано отношение коэффициентов диффузии водорода в чистом железе  $D_{\text{H}}^{\text{ид}}$  и в сплаве  $D_{\text{H}}^{\text{эф}}$ , определена константа локального равновесия  $K$ , а затем и энергия связи примесного атома с атомом растворённого водорода. Расчёты константы равновесия и энергии связи атомов с водородом были выполнены на основе литературных данных о коэффициентах диффузии водорода в сплавах железа. Совокупность значений энергии связи показывает, что в районе комнатной температуры наиболее сильные связи с водородом создают (в порядке уменьшения) атомы Zr, Nb, Ti, Mo, Mn.

В диссертации показано, что послековки и охлаждения поковок на воздухе флокены не возникали, если в стали содержание титана составляло 0,37 % либо палладия, циркония или церия 0,30 %. Пересчитав концентрацию в атомные доли, была найдена энергия связи водорода с удерживающими его ловушками.

Во второй главе также было проанализировано влияние легирующих элементов на давление водорода в микропорах. Результаты расчета показали, что добавки циркония в количестве до 2% в два раза снижают давление водорода в порах. Другие элементы практически не оказывают влияния на давление водорода в порах.

Полученные во второй главе результаты было предложено использовать в технологии металлургического производства путём легирования сталей элементами, которые существенно увеличивают растворимость водорода или снижают коэффициент диффузии в низкотемпературной области. Однако, создание таких сталей в некоторых случаях проблематично, поскольку их состав регламентирован стандартами и необходима большая отдельная исследовательская работа по определению допустимых

концентраций вышеуказанных элементов в промышленных сталях. С другой стороны, применение некоторых элементов, например палладия, излишне дорого. Поэтому был предложен экономичный метод ПФО, использующий внепечное выделение водорода в процессе замедленного охлаждения в термосах.

#### Замечания к главе 2

3. Диссертантом во второй главе указано, что ловушками водорода являются межзеренные и межфазовые границы. Однако, эти границы далее в работе не рассматриваются, кроме ссылки на работу [59].

4. Вводит в заблуждение также и ссылка диссертантом (стр. 37) на статистическую теорию ближнего порядка, где речь идет о потенциальной энергии системы и вкладе в нее (энергию) взаимодействия ближайших пар соседей Fe-Y-N. Однако, под ближнем порядком в материаловедении понимается порядок расположения атомов в некристаллических системах.

**В третьей главе** автором был предложен экономичный метод борьбы с флокенами, использующий внепечное выделение водорода в процессе замедленного охлаждения в термосах. Термос представляет собой теплоизолированный неотпливаемый колпак, которым накрывают поковки после выгрузки из печи. Для комплексного подхода к разработке данного метода было рассмотрено благоприятное воздействие замедленного охлаждения на снижение внутренних напряжений, а также проблема диффузионного удаления водорода из стали.

Расчет температурного поля непрерывно охлаждаемых поволоков различного диаметра и термических напряжений был произведен различными математическими методами (аналитический расчет и численные методы – метод конечных элементов и метод конечных разностей). На основании расчета температурного поля поковки были произведены расчеты напряженного состояния по известным в литературе формулам. Однако такой расчет определяет общий характер изменения термических напряжений в поковках, но не учитывает возможности релаксации упругой деформации в результате пребывания поковки в области температур, где возможна ползучесть, переводящая упругую деформацию в пластическую. С целью учета данного обстоятельства были произведены испытания на ползучесть образцов стали при различных температурах выдержки.

Расчет напряжений при охлаждении цилиндрических поволоков с учетом релаксации был проведен в пакете конечно-элементного анализа ANSYS. В случае учета релаксации характер изменения напряжений в конце охлаждения принципиально меняется. На поверхности поволоков четко прослеживается зона остаточных сжимающих напряжений. Показано, что уменьшение скорости охлаждения снижает величину остаточных напряжений.

Математическим расчетом с учетом литературных данных показано, что уменьшение остаточных напряжений на 20 МПа будет эквивалентно снижению концентрации водорода на  $0,13 \text{ см}^3/100 \text{ г}$ , что, несомненно, должно еще больше снизить вероятность образования флокенов при использовании термосов. Справедливо и обратное – увеличение внутренних напряжений на 20 МПа эквивалентно введению  $0,13 \text{ см}^3/100 \text{ г}$  водорода.

Далее диссертантом был проведен анализ изменения содержания водорода в ходе противфлокенового отжига и сравнение полученных теоретических данных с ре-

зультатами экспериментальных данных, приведенных в литературе. Рассчитано, что воздействие предварительных этаповковки и термической обработки круглых поковок диаметром 450 мм на выделение водорода эквивалентно 25 часам отжига при 670 °С. Экспериментально доказано, что на поверхности имеется концентрации водорода, равная примерно 1,5-2 см<sup>3</sup>/100 г. Было выдвинуто предположение, что эта концентрация (1,5-2 см<sup>3</sup>/100 г) является остаточной концентрацией водорода, который практически не участвует в диффузии, или, точнее, медленно удаляется после устранения основной, диффузионно-подвижной массы водорода. Сравнение расчётных и опытных результатов с учетом не удаляемого водорода свидетельствует о вполне удовлетворительном совпадении расчётной и опытной зависимостей концентрации от времени. Таким способом можно рассчитать точное время изотермического отжига, необходимого для удаления водорода, в тех случаях, когда термосы не используются.

В третьей главе представлены также результаты экспериментальных исследований по кинетике выделения водорода при распаде аустенита в ходе изотермического отжига на собранной опытной установке. После вычитания ординат кривых изменения давления наводороженного и ненаводороженного образцов определяется кинетика выделения водорода. После проведения экспериментов была изучена микроструктура опытных образцов.

В главе также проанализированы дефектограммы УЗК поковок с флокенами. Показано, что инкубационный период образования флокенов составляет приблизительно 50 суток.

#### Замечания к главе 3

5. На стр. 65 указывается, что использование среднего коэффициента теплоотдачи в диапазоне температур 650-25°С не оказывает существенного влияния на результат расчета. Это утверждение вызывает сомнение.

6. В работе используется одно и то же выражение для обозначения разных физических величин, что вызывает трудность в понимании текста диссертации. Так, например, на стр. 88 диссертации приводится параметр  $\alpha$ , который принят в качестве коэффициента массообмена, до этого этот же параметр  $\alpha$  характеризовал коэффициент теплоотдачи.

**В четвертой главе** диссертантом развита теория комплексного отжига, в котором одновременно применяется сокращённый изотермический отжиг в печах и последующее замедленное охлаждение в неотапливаемых термосах, а также различные его вариации, включая замедленное охлаждение поковок послековки в термосах, с учетом фазовых превращений. Произведен теплофизический расчет термоса, осуществлено его компьютерное моделирование, выявлены источники возможных потерь тепла и проведено сравнение экспериментальных результатов с расчетом.

Показано, что дополнительного сокращения противоблокенового отжига можно добиться, охлаждая поковки непосредственно после окончанияковки. Тогда нужно учесть, что между температурой начала охлаждения и температурой  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения ( $T_{пр}$ ) диффузия водорода идет в  $\gamma$ -фазе, а между  $T_{пр}$  и температурой окончания охлаждения диффузия водорода проходит в феррито-перлитной структуре.

Независимо от конкретной конструкции теплоизолирующего устройства оно должно обеспечить определённую малую скорость охлаждения. Поэтому был проведен теплотехнический расчет охлаждения поковок в термосе. Показано, что на ве-

личину коэффициента теплообмена между охлаждаемым в термосе металлом и атмосферой цеха основное влияние оказывают теплопроводность через стенку термоса и в гораздо меньшей степени конвективный теплообмен внутри термоса, а также теплообмен внешней поверхности термоса с атмосферой. Для подтверждения правильности полученного решения были проведены эксперименты по охлаждению поковок в опытном термосе-накопителе. Дополнительно было проведено компьютерное моделирование экспериментального термоса. Показано, что основные теплопотери идут через несущие стальные поперечники – двутавры, к которым крепятся теплоизолирующий войлок и обшивка термоса. С учетом данного обстоятельства расчет был скорректирован и получено хорошее согласие между теоретическим и экспериментальными коэффициентами теплообмена.

Разработанные режимы были опробованы в кузнечно-прессовом цехе ОАО «Уральская кузница». Всего термообработано по опытными режимам 14 плавок (110 поковок) различных марок сталей диаметром 310-700 мм. Поковки подвергали противфлокеной обработке с сокращением времени выдержки относительно действующих режимов с последующим переносом на охлаждение в предварительно подогретый (предыдущим металлом) до температуры не ниже 300 °С термос-накопитель. После окончания термообработки был проведен ультразвуковой контроль поковок опытных плавок. Ни на одной из 110 проконтролированных поковок флокенов обнаружено не было. На основании положительных результатов опытной термообработки, разработанные режимы были внедрены в производство.

Замечания к главе 4

7. Подзаголовок 4.1 «Разработка теории...» звучит излишне всеохватывающе. Может быть следует говорить о развитии, совершенствовании «...теоретических аспектов сокращения длительности ПФО с использованием термосов замедленного охлаждения»?

8. В диссертации не уточняется какие именно приборы по измерению количества водорода в жидкой и твердой стали применялись в диссертационной работе?

### **Заключение**

Диссертационная работа Шабурова Андрея Дмитриевича «Теоретические и технологические аспекты энергосберегающей противфлокеной обработки поковок с использованием внепечного замедленного охлаждения в термосах с учетом эффекта захвата водорода ловушками» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, имеющую важное теоретическое и практическое значение в области металловедения и термической обработки металлов и сплавов. Она выполнена самостоятельно на высоком научном уровне. В работе впервые приведены результаты, позволяющие квалифицировать их как решение научной задачи, которое состоит в разработке эффективной технологии противфлокеной обработки крупных поковок из низко- и легированных сталей машиностроительного назначения с использованием теплоизолирующих неотопливаемых термосов, позволившей значительно сократить время печного термического отжига, получить значительную экономию энергоресурсов с высоким качеством поковок без формирования в них дефекта «флокены». В ходе выполнения работы диссертант рассмотрел теоретические основы флокенообразования с учетом содержания в стали водорода, термических и структурных напря-

жений, теплотехнических особенностей охлаждения поковок, проанализировал возможность использования «ловушек» водорода в стали для снижения отсортировки поковок по дефекту флокены.

Указанные в настоящем отзыве замечания являются большей частью предложениями для улучшения изложения работы диссертанта и пожеланиями для будущих исследований и не являются критичными для положительной оценки работы в целом.

Диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК, а соискатель – Шабуров Андрей Дмитриевич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент, профессор кафедры  
«Литейное производство и материаловедение»  
ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный  
технический университет им. Г.И. Носова»,  
доктор технических наук

А.Б. Сычков



5.03.2014 г.