

ОТЗЫВ

официального оппонента Родионовой Ирины Гавриловны
на диссертационную работу Голубевой Марины Васильевны
«Хладостойкая свариваемая сталь класса прочности 690 для тяжелонагруженной техники», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Важной особенностью современного этапа развития материалов на основе железа является всё более широкое использование высокопрочных хладостойких свариваемых сталей. Особую актуальность приобретает разработка таких сталей, предназначенных, в частности, для модернизации большегрузных автомобилей в горнодобывающей и строительной отраслях, в связи с освоением труднодоступных северных и арктических регионов. Помимо высокой прочности, к исследуемым сталям предъявляются такие требования как высокий уровень вязкости и пластичности при низких температурах, а также свариваемость, которую косвенно оценивают по величине углеродного эквивалента, характеризующего уровень легирования стали. Снижение содержания углерода и других химических элементов, ухудшающих свариваемость стали затрудняет получение высокой прокаливаемости, необходимой для формирования мартенситно-бейнитной структуры, обеспечивающей требуемый уровень прочностных характеристик в листовом прокате после отпуска, особенно при толщине листов более 25 мм. Кроме того, особое внимание при разработке технологий получения толстолистого проката из таких сталей должно уделяться формированию высокого уровня механических свойств сварных соединений.

Сказанным определяется актуальность диссертационной работы, целью которой являлась разработка новой хладостойкой стали для изготовления толстолистого проката толщиной до 50 мм и технологии его термической обработки, обеспечивающей гарантированный предел текучести 690 МПа в сочетании с высокими значениями ударной вязкости при температуре до -70°C при улучшении показателей свариваемости (Сэкв не более 0,53 %).

Объектом исследования были низкоуглеродистые высокопрочные легированные стали с различным содержанием Cr, Mo, Ni и Cu с варьированием Сэкв в диапазоне 0,46 – 0,61% и их сварные соединения. **Предметом исследований были** особенности формирования структуры, их влияние на механические свойства листового проката и сварных соединений из высокопрочных сталей указанных марок.

Научная новизна диссертационной работы определяется, прежде всего, установлением минимального содержания основных легирующих элементов (1,7% Ni, 0,5% Cu, 0,5% Cr и 0,3% Mo), позволяющего сформировать при охлаждении со скоростью

НИИ «Курчатовский институт» ЦНИИ КМ «Прометей»	
Вх. № 3404	в ДЕЛО
«12» 11 2019 г.	№
Осн. 8 л.	подп.

от 5 до 50 °С/с в низкоуглеродистой экономнолегированной стали бейнитно-мартенситную структуру по всему сечению листового проката в толщинах до 50 мм, при полном подавлении формирования феррита.

Важными научными результатами работы являются результаты исследований процессов, происходящих при отпуске сталей и определяющих формирование структуры и свойств готового проката. Одним из основных таких процессов является образование карбидов, характеристики (состав, размеры, количество) зависят от режимов отпуска, в первую очередь, от его температуры. Показано, что отпуск при температурах 570-600 °С, особенно при 600 °С приводит к формированию в мартенсите дисперсных карбидов размерами от 9 до 100 нм с объемной плотностью $(0,7-2,9) \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$. Это обеспечивает получение наиболее высоких показателей прочности, пластичности и ударной вязкости.

Большой интерес также вызывает установленный факт, что применение высокоскоростного нагрева, характерного для лазерной сварки (~500 °С/с), способствует формированию мелкого зерна аустенита вблизи линии сплавления со средним размером ~ 100 мкм и, как следствие, более дисперсной конечной бейнитно-мартенситной структуры на крупнозернистом участке зоны термического влияния по сравнению с электродуговой сваркой. Это позволяет получить высокие значения ударной вязкости в зоне термического влияния стыкового сварного соединения.

Практическая значимость работы заключается в обеспечении потребности предприятий, производящих тяжелонагруженную технику, подъемно-транспортное оборудование для эксплуатации в условиях низких температур, в разработанной стали, обладающей целым рядом преимуществ по сравнению с существующими аналогами – сочетанием высоких показателей прочности, хладостойкости, свариваемости, при экономном легировании. Подана заявка на патент.

Достоверность и обоснованность полученных результатов обусловлена их апробацией при использовании современных методов исследований, а также опытом положительного внедрения результатов работы в производство при изготовлении листового проката на ПАО «ММК» и положительными результатами переработки в условиях ОАО «БЕЛАЗ» опытной партии листового проката из стали марки 09ХГН2МД класса прочности 690 МПа.

Общая характеристика диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, семи глав, заключения, списка литературы и четырех Приложений. Объем диссертации составляет 186 страниц текста, включая 63 рисунка и 19 таблиц. Список литературы содержит 127 источников.

Во введении дано обоснование актуальности темы диссертации, четко сформулированы цель и задачи работы, научная новизна и практическая значимость. Также приведены основные положения, выносимые на защиту, сведения о публикациях и перечислены конференции, на которых проведена достаточная апробация работы.

В первой главе проведен аналитический обзор литературы, подтверждающий актуальность выбранной темы диссертации. Важным является установление того факта, что различные отечественные и зарубежные производители при разработке требований к химическому составу и технологическим параметрам производства высокопрочных сталей с пределом текучести не менее 690 МПа используют разные подходы, основанные на выборе различных механизмов упрочнения. Отмечено, что освоенные в настоящее время стали указанного уровня прочности имеют величину углеродного эквивалента от 0,55 до 0,96 %, что указывает на недостаточную свариваемость. Проведенный анализ позволил сформулировать цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе приведен химический состав исследованных сталей промышленной выплавки. Описаны сквозные технологии производства в ПАО «ММК» промышленных и опытно-промышленной партий проката и оборудование, на котором они были произведены. Подробно описаны использованные методики исследований и испытаний. Следует отметить большое количество использованных в работе современных методов исследования структурных и фазовых превращений. Особо следует отметить, что для количественного кристаллографического анализа микроструктуры был использован метод дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ) на сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 3D FEG, оснащенный анализатором обратно рассеянных электронов. Исследование распределения химических элементов в стали после отпуска проводили с помощью атомно-зондовой томографии на установке ПАЗЛ-3D (ИТЭФ). Помимо комплексных механических испытаний проката проводили испытания и микроструктурные исследования сварных соединений, полученных с применением электродуговой и лазерной сварки. Не вызывает сомнений, что предложенный комплекс исследования фазовых превращений, структуры и механических свойств позволяет корректно и достоверно оценить качество созданного материала и его сварных соединений.

В третьей главе представлены результаты исследования фазовых превращений в низкоуглеродистой экономнолегированной стали с целью разработки оптимального химического состава новой свариваемой стали. Для этого были исследованы фазовые превращения при непрерывном охлаждении образцов сталей с различным содержанием Cr, Mo, Ni и Cu. Основное требование при варьировании содержания легирующих элементов для разрабатываемой стали было обусловлено ограничением углеродного

эквивалента (не более 0,53%).

На основе анализа построенных термокинетических диаграмм превращения аустенита в исследованных сталях и результатов микроструктурных исследований установлено содержание основных легирующих элементов, которое позволит достигнуть в разрабатываемой стали бейнитно-мартенситной структуры при отсутствии структурно свободного феррита по всей толщине до 50 мм листового проката в диапазоне скоростей охлаждения $5 \div 50$ °C/с, соответствующих скоростям охлаждения такого проката при закалке. Это позволило разработать оптимальный химический состав новой экономнолегированной высокопрочной стали: углерод – 0,08-0,10%, никель – 1,65-1,75%, медь - 0,50-0,60%, хром – 0,45-0,55%, молибден - 0,30-0,35%, ниобий - 0,02-0,04%, кремний - 0,30-0,40%, марганец - 0,65-0,75%, алюминий - 0,02-0,05%, фосфор не более 0,012%, сера не более 0,005%, азот не более 0,008%. Подана заявка на патент.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния режимов закалки и отпуска на структуру и механические свойства разрабатываемой стали. В результате проведенных исследований установлено, что комплексное микролегирование разработанной стали ниобием в количестве 0,024% и легирование молибденом в количестве 0,3% эффективно сдерживает рост аустенитного зерна (средний размер не превышает 11 мкм) при нагреве под закалку вплоть до температуры 980 °C.

По результатам исследований влияния легирующих элементов на фазовые превращения и на размер действительного аустенитного зерна при нагреве для дальнейших исследований были выбраны температуры закалки 900 и 950°C и охлаждение листового проката в воде. Также установлено, что повышение температуры закалки с 900 до 950 °C способствует формированию структуры со структурными составляющими преимущественно реечной морфологии, в частности, реечного мартенсита (РМ) и реечного бейнита (РБ), доля которых увеличивается от 25-35 до 60-70%. При этом доля РМ увеличивается от 10 до 50%. Отмечено, что РМ наименее устойчив против отпуска, но, при некотором снижении ударной вязкости, обеспечивает более высокий уровень прочности, что особенно важно для листового проката толщиной более 50 мм. Поэтому, с целью обеспечения высокой прочности исследуемой стали в листовом прокате больших толщин, исследования по изучению влияния режима отпуска на структуру и механические свойства стали проводились на образцах, закаленных от температуры 950 °C.

Большое значение для разработки способов управления структурой и свойствами готового проката имеют результаты исследования процессов, происходящих при отпуске стального проката по различным режимам. После отпуска при температурах 570-600 °C в исследуемой стали формируется достаточно дисперсная бейнитно-мартенситная

структура. При этом на порядок снижается плотность дислокаций по сравнению с закаленным состоянием, а также изменяются характеристики выделений избыточных фаз, как в мартенситных, так и в бейнитных участках.

При повышении температуры отпуска от 570 до 600 °С происходит формирование новых дисперсных карбидов внутри ВМ (с минимальным размером 9 нм). Также происходит интенсификация образования новых карбидов по границам бейнитных кристаллитов. При повышении температуры отпуска до 630 °С на месте отдельных кристаллитов дислокационного мартенсита реечного типа происходит образование областей переотпущенного мартенсита (ПМ) – практически бездислокационных областей α -фазы, упрочненных карбидами размером около 5 нм, встречаются и более крупные карбиды размером до 185 нм. В результате отпуска при температуре 630 °С и выше в микроструктуре стали наблюдаются существенные изменения, в отдельных кристаллитах размером свыше 8 мкм исчезает реечное строение, на месте отдельных кристаллитов дислокационного мартенсита реечного типа происходит образование областей переотпущенного мартенсита – практически бездислокационных областей α -фазы, упрочненных карбидами размером около 5 нм. При повышении температуры отпуска до 690 °С наблюдаются более крупные области переотпущенной α -фазы размером до 20 – 25 мкм.

После отпуска при температуре 630 °С наблюдаются множественные наноразмерные карбиды размером до 10 нм и кластеры диаметром до 3,2 нм с повышенным содержанием С, Мп, Сг и Мо.

Установленные особенности изменения микроструктуры при отпуске закономерно приводят и к получению разного уровня механических характеристик. Оптимальное сочетание механических свойств (одновременно высокие показатели прочности, пластичности и вязкости) достигается после отпуска в интервале температур 570÷600 °С, особенно при температуре 600 °С за счет формирования дисперсной бейнитно-мартенситной структуры, содержащей до 50% реечного и до 5% высокотемпературного мартенсита, а также до 45 % бейнита (до 20% бейнита реечной и до 25% гранулярной морфологии).

В пятой главе приведены результаты изготовления и исследования качества опытно-промышленной партии листового проката толщиной 12, 16, 20, 25 и 30 мм объемом 250 т, произведенного в условиях ПАО «ММК» из непрерывнолитых слабов кислородно-конвертерного производства из стали марки 09ХГН2МД по технологии горячей прокатки с последующей термической обработкой (закалка с высоким отпуском).

Изготовление опытно-промышленной партии производилось по технической и технологической документации, разработанной с учетом рекомендаций, изложенных в 3 и

4 главах. Важным результатом, который может быть использован для получения высококачественного проката больших толщин, является обоснование необходимости использования для листового проката толщиной ≥ 25 мм двухстадийной прокатки. Это позволяет регламентировать максимально возможные относительные деформации с температурой окончания прокатки 870- 930 °С и способствует наибольшей проработке срединных слоев листового проката, избежать роста рекристаллизованных зерен после завершения первичной статической рекристаллизации, формирования неоднородного по величине аустенитного зерна. Для листового проката толщиной менее 25 мм рекомендована одностадийная прокатка.

Подтверждено, что на прокате из разработанной стали марки 09ХГН2МД при использованной технологии производства достигнуты требуемые прочностные характеристики (предел текучести – не менее 690 МПа, временное сопротивление – 770-940 МПа) при высоких значениях пластичности (относительного удлинения - не менее 13 %) и ударной вязкости (не менее 35 Дж/см² при температуре испытаний -70°С), за счет формирования оптимального структурного состояния, описанного в предыдущих главах.

Испытания листового проката на растяжение при пониженных температурах от -20 до -100°С демонстрируют небольшое повышение прочностных характеристик ~ на 10%, что подтверждает возможность его применения для строительства сварных конструкций, работающих при низких температурах.

В шестой главе приведены результаты исследования качества сварных соединений образцов листового проката опытно-промышленной партии из разработанной высокопрочной хладостойкой стали марки 09ХГН2МД толщиной 10 и 12 мм, полученных электродуговой и лазерной сваркой по режимам, описанным в главе 2. Особый интерес вызывают результаты оценки возможности применения лазерной сварки для изготовления сварных соединений листового проката из разработанной стали, так как этот вид сварки является более производительным. Для этого было исследовано влияние более высокой скорости нагрева (500 °С/с) на размер зерна, фазовые превращения и структуру на первых двух участках ЗТВ. Кроме того, был проведен влияния погонной энергии (при варьировании скорости сварки) и предварительного подогрева на структуру и микротвердость в ЗТВ и механические свойства сварных соединений, в том числе, при низких температурах.

Установлено, что в зоне термического влияния сварного соединения, полученного электродуговой сваркой, формируется бейнитно-мартенситная структура, обеспечивающая получение требуемой прочности в сочетании с повышенной ударной вязкостью ЗТВ при низких температурах, а значения твердости близки к твердости основного металла. При этом дополнительных технологических мероприятий

(предварительного подогрева и послесварочной термической обработки) не требуется.

После имитации нагрева при лазерной сварке из-за высокой скорости нагрева формируется более мелкое аустенитное зерно, и, как следствие, более дисперсная и однородная бейнитно-мартенситная структура в наиболее опасных участках ЗТВ, что положительно сказывается на механических свойствах сварного соединения и ЗТВ. Показано, что при снижении погонной энергии лазерной сварки от 5 до 2,5 кДж/см уменьшается ширина ЗТВ и ее отдельных участков, однако наблюдается увеличение средних значений микротвердости на участках крупного зерна и полной перекристаллизации (на 29 HV_{0,1} и 39 HV_{0,1}, соответственно) вследствие повышения доли структурных составляющих реечной морфологии (мартенсита и бейнита) за счет повышения скорости охлаждения после сварочного нагрева. Определены оптимальные величины погонной энергии при лазерной сварке, обеспечивающие получение высококачественных сварных соединений из разработанной стали.

В седьмой главе описано внедрение результатов работы. Основным практическим результатом работы явилась разработка на ПАО «ММК» новых технологий производства металлопроката из экономнолегированной стали с улучшенными показателями хладостойкости и свариваемости, что позволяет обеспечить проектирование и строительство сварных рам большегрузных автомобилей.

Показано также, что разработанная сталь после проведения регламентированных испытаний на соответствие требований к материалам, применяемым в судостроении и других отраслях промышленности, может быть также использована для строительства судов ледового плавания, морской и инженерной техники, а также подъемно-транспортного оборудования, обеспечивающего освоение территорий береговой линии арктического шельфа.

Работа прошла достаточную апробацию: основные результаты опубликованы в журналах из перечня ВАК, доложены и обсуждены на международных и российских конференциях, подана заявка на патент. Диссертация написана и оформлена в соответствии с требованиями ВАК. Автореферат и публикации достаточно полно отражают содержание диссертации.

К работе имеются следующие замечания.

1. В главе 1 имеются ссылки на достаточно большое количество источников, однако обращает на себя внимание недостаточно частое их размещение по тексту и отсутствие ссылок в подрисуночных подписях. Например, в ряде ссылок указано несколько источников, а потом следует большой кусок текста безо всяких ссылок. Это затрудняет поиск источника, материал из которого заинтересовал читателя.

2. В описании результатов исследований на просвечивающем электронном микроскопе нет никаких сведений о выделениях карбида (карбонитрида) ниобия. В то же время, содержание ниобия в исследованных сталях достаточно высокое (0,03-0,04%) и формирование его выделений могло происходить как при горячей прокатке, так и при термической обработке, приводя к измельчению зерна и к дисперсионному твердению. Исследование таких выделений в образцах, отобранных на разных стадиях технологического цикла, позволило бы лучше понять закономерности формирования структуры и свойств разработанной стали.

3. В главе 6 (с. 137-138) приведены фотографии микроструктуры и указан средний размер зерна аустенита после нагрева до температур 950 и 1350 °С со скоростями 5 и 500 °С/с. Из представленных данных о среднем размере зерна следует, что при повышении скорости нагрева размер зерна уменьшается на 50-60%. В то же время, в автореферате и в диссертации отмечено, что зерно становится мельче на 15-20%.

4. В автореферате отсутствует описание главы 7.

Сделанные замечания не изменяют общей положительной оценки диссертации М.В. Голубевой, которая является законченным научным исследованием. Представленная работа полностью соответствует требованиям, сформулированным в п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, и предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, а сам автор заслуживает присуждения искомой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Доктор технических наук, с.н.с.

Заместитель директора Научного центра физико-химических основ и технологий металлургии ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»



И.Г. Родионова

Родионова Ирина Гавриловна, доктор технических наук, специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», старший научный сотрудник, заместитель директора Научного центра физико-химических основ и технологий металлургии (НЦФХО).

Адрес: г. Москва, 105005, ул. Радио 23/9, стр. 2; ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»
Тел.: +7 (903) 722 96 58, E-mail: igrodi@mail.ru

Подпись Родионовой И.Г. заверяю:

Ученый секретарь
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,
кандидат технических наук



Т.П. Москвина