

ОТЗЫВ

официального оппонента Клименова Василия Александровича
на диссертационную работу Малушина Николая Николаевича
«Физические основы комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов
высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота», представленной на
соискание ученой степени доктора технических наук
по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Актуальность темы

Несмотря на то, что методы наплавки и термической обработки с помощью плазмы развиваются и применяются на протяжении многих лет, вопросы систематизации научных данных в этой области и расширение применения их для ответственных деталей энергетического и металлургического производств являются **актуальной** задачей. Одной из важнейших задач в металлургии является повышение производительности прокатных станов и увеличения производства холоднокатаного металла за счёт стойкости основного рабочего инструмента стана - рабочих валков. Материал рабочих валков станов холодной прокатки и технология их изготовления должны обеспечить высокую твердость рабочего слоя (62 – 64 HRC), достаточную его глубину и высокое качество поверхности после обработки, создание в валках благоприятного напряженного состояния, что регламентируется ГОСТом 3541 – 79 (действующий).

Анализ способов упрочнения валков (применение электрошлакового переплава, высокотемпературной термомеханической поверхностной обработки, перезакалки изношенных валков, изготовление валков из металлокерамических твердых сплавов, применение составных (бандажированных) валков и др.), проведенный в работе Малушина Н.Н. позволил остановиться на использовании плазменной наплавки порошковыми проволоками в защитно - легирующей среде азота, как наиболее перспективном и эффективном методе.

В процессе наплавки сплавами высокой твердости очень сложной проблемой остаётся устранение холодного трещинообразования, для предотвращения которого проводится подбор наиболее эффективных методов термообработки, в ходе которых необходимо обеспечить одновременно и высокую твердость и износостойкость, обеспечивающих высокие эксплуатационные характеристики и долговечность работы валков. Поэтому **актуальным** является поиск способов наплавки, позволяющих получать наплавленные теплостойкие сплавы высокой твердости в закаленном состоянии без трещин, пор и дефектов макро и микроструктуры.

Решение подобного рода проблем наиболее перспективно за счёт применения комбинированных методов, включающих, как методы химико-термической обработки, так и методы механической и физико-технической (ультразвуковые) обработок, позволяющих формировать на поверхности слои с высокими значениями твердости и износостойкости путём создания специфических структурно-фазовых состояний.



В связи со сложностью физических процессов, происходящих при плазменной наплавке в среде азота, возможности этого метода упрочнения продолжают изучаться. Это обуславливает **актуальность** проведения новых теоретических и экспериментальных исследований физических основ и механизмов упрочнения поверхностных слоев из теплостойких сплавов.

Работа Малушина Н.Н. направлена на решение проблемы получения наплавленного металла в закаленном состоянии без трещин. Для повышения твердости и износостойкости наплавленного рабочего слоя предложено дополнительно использовать комплексные технологии: термообработку после наплавки, азотирование, ультразвуковую обработку, рекристаллизационный отжиг в процессе эксплуатации изделия, восстановительную наплавку изношенного слоя. Теоретические исследования Малушина Н. Н., направленные на выявление физических основ комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота, являются **актуальными** с точки зрения современной физики конденсированного состояния и позволяют сделать важные практические рекомендации.

Научная новизна и практическая значимость

Теоретическая значимость полученных в работе Малушина Н.Н. данных заключается в разработке физических основ формирования структуры и свойств наплавленных в защитно-легирующей среде азота теплостойких сплавов в закаленном состоянии без трещин, пор и дефектов макро и микроструктуры.

Научная новизна работы:

1. Методами современного физического материаловедения проведены исследования структуры и фазового состояния, распределения твердости и микротвердости в различных зонах поверхностного слоя, сформированного плазменной наплавкой в среде азота. Установлено, что в наплавленных теплостойких сплавах основными фазами являются твердый раствор α -железа, карбиды и карбонитриды на основе железа, вольфрама, хрома, молибдена, алюминия. Высокотемпературный отпуск наплавленных сплавов приводит к изменению фазового состава, параметра кристаллической решетки, размеров блоков когерентного рассеяния и изменению внутренних упругих напряжений.

2. Установлено, что физическую основу повышения твердости (52 – 57 HRC) обеспечивает плазменная наплавка теплостойкими сплавами высокой твердости в среде азота, дополнительное упрочнение (8 – 10 HRC) в основном происходит в процессе высокотемпературного отпуска, азотирование и ультразвуковая поверхностная упрочняющая обработка (УПУО) увеличивают твердость наплавленного сплава на 1 – 2 HRC каждая.

3. Впервые установлено проявление эффекта повышенной пластичности («сверхпластичности») в наплавленных теплостойких сплавах в момент протекания мартенситного превращения и доказана возможность его применения для регулирования напряженного состояния в процессе многослойной наплавки.

4. Установлена физическая природа высоких эксплуатационных свойств наплавленного слоя, заключающаяся в формировании мелкозернистой структуры, содержащей твердый раствор α -железа, карбиды и карбонитриды, в совершенстве

наплавленного слоя (без трещин, пор и дефектов микроструктуры) и благоприятном напряженном состоянии.

5. Новые способы многослойной наплавки теплостойкими сплавами, основанные на применении низкотемпературного регулируемого термического цикла с использованием эффекта сверхпластичности, обеспечивающие получение наплавленного сплава в закаленном состоянии с низкой склонностью к образованию холодных трещин.

6. Для плазменной наплавки в среде азота разработаны порошковые проволоки, обеспечивающие химический состав и эксплуатационные свойства наплавленного слоя типа теплостойких сплавов высокой твердости (62 – 64 HRC) и износостойкости.

7. Доказано, что регулирование напряженного состояния в процессе проектирования, изготовления и эксплуатации наплавленных валков позволяет значительно повысить их стойкость. Напряженное состояние наплавленных деталей в процессе изготовления регулируется в процессе наплавки по термическому циклу с применением эффекта сверхпластичности, в процессе эксплуатации – рекристаллизационным отжигом.

Практическая значимость результатов диссертации Малушина Н.Н. заключается в том, что на основе теоретических и экспериментальных исследований разработаны и реализованы способы многослойной плазменной наплавки нетоковедущей порошковой проволокой на обратной полярности в среде азота, обеспечивающие получение наплавленных сплавов в закаленном состоянии с низкой склонностью к образованию холодных трещин при высоком качестве наплавленного слоя. Разработаны порошковые проволоки для плазменной наплавки в защитно-легирующей среде азота, которые обеспечивают получение наплавленного слоя из теплостойких сплавов высокой твердости различного химического состава и эксплуатационных свойств. Разработаны способы регулирования напряженного состояния в наплавленных деталях на всех этапах их жизненного цикла. В диссертации Малушина Н.Н. разработана комплексная технология упрочнения рабочих валков станов холодной прокатки, включающая следующие операции: базовая технология – плазменная наплавка теплостойкими сплавами; дополнительные операции – высокотемпературный отпуск после наплавки, УПУО или азотирование после чистовой шлифовки, рекристаллизационный отжиг в процессе эксплуатации изделия, восстановительная наплавка изношенного слоя. Разработанная комплексная технология упрочнения валков станов холодной прокатки доведена до уровня промышленных технологий, использование которых на Ленинградском сталепрокатном заводе, заводе «Кулон» НПО «Позитрон», Новосибирском металлургическом заводе, Западно-Сибирском металлургическом комбинате, ООО «Вест 2002» и разрезе «Бунгурский-Северный» обеспечило повышение стойкости наплавленных деталей в 1,5 – 2,0 раза. Результаты работы внедрены в производство со значительным экономическим эффектом, что подтверждается актами внедрения.

Результаты работы используются в учебном процессе ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет» при подготовке

бакалавров, магистрантов и аспирантов по направлениям подготовки 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» и 03.06.01 «Физика и астрономия».

Научные результаты, полученные в работе Малушина Н.Н., могут быть использованы для научных исследований, проводимых в научных учреждениях и образовательных организациях таких, как федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Кузбасский государственный технический университет им. Т.Ф. Горбачева, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Институт проблем машиноведения РАН, Институт физики твердого тела РАН, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Институт металловедения и физики металлов им. Г.В. Кюрдюмова, ЦНИИ черной металлургии им. И.П. Бардина, Национальный исследовательский технологический университет «МИС и С», Самарский национальный исследовательский университет им. С.П. Королева для развития физических основ комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазменной наплавкой в защитно-легирующей среде азота. Результаты работы можно рекомендовать для использования в курсах лекций и при написании курсовых и выпускных работ по дисциплинам подготовки бакалавров, магистрантов и аспирантов по направлениям «Материаловедение и технологии материалов» и «Физика и астрономия».

Анализ содержания диссертации

Диссертация изложена на 289 страницах и состоит из введения, шести разделов и заключения, содержит 69 рисунков, 16 таблиц, список литературы из 396 наименований и 6 приложений.

Во введении обоснована актуальность исследования, перечислены цель и задачи исследования, сформулированы научная новизна и практическая значимость работы, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе, которая является обзорной, на основании литературных данных показано, что физическая природа упрочнения наплавленного слоя определяется его структурно – фазовым состоянием и напряжениями в наплавленном слое. Для упрочнения деталей машин и механизмов, работающих в условиях абразивного износа и высоких температур, широко применяются наплавочные материалы, разработанные на основе теплостойких сталей высокой твердости, типичными представителями которых являются классические стали типа 3Х2В8 и Р18. Теплостойкие стали выбраны в качестве базовых для разработки и исследования наплавочных материалов для новых способов наплавки.

Проведен анализ традиционной технологии наплавки теплостойкими сплавами. Показано, что традиционная технология наплавки, направленная на преодоление основной трудности при наплавке данными сплавами (образование холодных трещин), недостаточно эффективна и трудоемка, а методы борьбы с холодными трещинами по принципу уменьшения скорости охлаждения наплавленного металла недостаточно эффективны.

Высказано предположение, что новым и перспективным способом борьбы с холодными (закалочными) трещинами в процессе наплавки и охлаждения наплавленного изделия может явиться использование эффекта повышенной пластичности (сверхпластичности) в момент протекания мартенситного превращения. Рассмотрены особенности механической обработки наплавленных теплостойких сплавов и проанализированы возможные методы и рекомендации. На основе проведенного анализа сделан вывод, что использование наплавки – наиболее приемлемый способ изготовления и упрочнения валков.

Сформулирована цель и определены задачи исследования.

Во второй главе для изготовления наплавленных деталей предложено использовать плазменную наплавку как способ нанесения износостойких покрытий. Для упрочнения активного слоя деталей разработан технологический процесс плазменной наплавки на обратной полярности нетоковедущей порошковой проволокой и оборудование для его реализации. Для плазменной наплавки в защитно – легирующей среде азота разработаны порошковые проволоки, обеспечивающие получение наплавленного металла типа теплостойких сплавов высокой твердости таких, как P18, P6M5, P2M9 и др.

В работе предложен алгоритм комплексного обеспечения качества наплавленных деталей, построенный на основе причинно – следственной диаграммы Исикавы.

Улучшить свойства наплавленного высоколегированного сплава, а также обеспечить благоприятное напряженное состояние позволяет применение дополнительно после наплавки высокотемпературного отпуска и УПУО или азотирования. Так же возможно повышение качества наплавленных деталей за счёт применения рекристаллизационного отжига в процессе эксплуатации изделия.

В третьей главе рассмотрены физические основы способов многослойной наплавки теплостойкими сплавами и исследованы основные параметры их термических циклов. Анализ существующих предпосылок позволил выработать требования к "идеальному" термическому циклу наплавки и теоретически разработать способы многослойной наплавки теплостойкими сплавами высокой твердости, в которых для предотвращения образования холодных трещин предложено использовать эффект сверхпластичности в момент протекания мартенситного превращения.

Исследовано проявление эффекта сверхпластичности в теплостойком наплавленном металле и возможность его применения для регулирования уровня временных напряжений. Показано, что при охлаждении образцов из теплостойкого сплава наблюдается эффект повышенной пластичности при фазовом превращении, который проявляется в снижении временных напряжений в мартенситном интервале. Релаксация напряжений в интервале температур мартенситного превращения происходит в результате объемных изменений при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении, дополнительных линейных изменений в направлении действия напряжений вследствие образования текстурованного мартенсита и повышенной пластичности сплава в момент превращения. В работе доказана определяющая роль сверхпластичного состояния в релаксации временных напряжений в образцах теплостойких сплавов высокой твердости. Исследования эффекта сверхпластичности показали, что вели-

чина остаточных напряжений зависит от температур мартенситного превращения, от степени легирования твердого раствора и, соответственно, связана с кинетикой процесса.

Исследовано влияние комплексного легирования на формирование временных напряжений в наплавленном металле и показано, что совместное легирование углеродом, хромом, вольфрамом, алюминием и азотом приводит к значительному уменьшению степени дисперсности мартенсита. Показано, что наиболее низкий уровень остаточных напряжений наблюдается у наплавленного сплава P18Ю, дополнительно легированного 1 % алюминия, 0,080 % азота и 1 % никеля.

В четвертой главе проведено исследование структурно – фазового состояния поверхностного слоя наплавленных теплостойких сплавов методами растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа наплавленных сплавов с целью получения высокой твердости и износостойкости. Установлено, что многослойная плазменная наплавка в среде азота приводит к неравномерности распределения твердости и микротвердости по сечению наплавленного слоя.

Установлено, что все наплавленные сплавы в исходном состоянии имеют в своем составе твердый раствор α – железа и соединения Fe_4W_2N , $FeWN_2$ и Fe_4W_2C . После наплавки и последующего высокотемпературного отпуска основными фазами являются твердый раствор α – железа и сложный карбид, в состав которого входят хром, алюминий, вольфрам, имеющий формулу $(Fe,Cr,Al,W)_6C$. Присутствует карбонитрид Fe_6W_6NC .

Исследовано структурно – фазового состояния наплавленного металла и зоны сплавления методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) и микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) Исследования, проведенные методом МРСА, показали, что в сплавах после наплавки и наплавки с последующим высокотемпературным отпуском наблюдается равномерное распределение всех легирующих элементов C, N, Al, Si, V, Cr, Fe, Mo, W.

В пятой главе проведено исследование напряженного состояния в наплавленных валках и влияния дополнительных упрочняющих факторов на свойства теплостойких сплавов высокой твердости. Для определения величины и характера распределения остаточных напряжений в наплавленных рабочих валках холодной прокатки с высокой твердостью активного слоя (55 – 64 HRC) в работе использован метод канавки, наносимой электроэрозионной резкой медным пластинчатым электродом, при этом диски для исследований из наплавленного валка вырезаются анодно-механической резкой.

В работе определены характеристики напряженного состояния наплавленного в среде азота теплостойкого сплава P18Ю после наплавки и наплавки с отпуском, определенные методом рентгеноструктурного анализа. В работе показано что, напряженное состояние в наплавленных валках более благоприятно для их работоспособности, чем изготовленных по традиционной технологии. В работе рассмотрены мероприятия, направленные на повышение стойкости наплавленных рабочих валков холодной прокатки путем регулирования в них напряженного состояния в процессе изготовления и эксплуатации.

Проведенные исследования показали возможность получения благоприятной эпюры остаточных напряжений, увеличения твердости и микротвердости

поверхности обработанных ультразвуком сплавов, получения оптимальной микроструктуры поверхностного слоя наплавленного металла. Показано, что процесс газового азотирования может быть использован для повышения твердости и коррозионной стойкости.

В шестой главе приведены примеры использования предложенного алгоритма повышения качества наплавленных деталей для решения конкретных инженерных задач. Результаты теоретических и экспериментальных исследований явились физической основой для разработки новых технических и технологических решений, использование которых на Ленинградском сталепрокатном заводе, заводе «Кулон» НПО «Позитрон», Новосибирском металлургическом заводе, Западно – Сибирском металлургическом комбинате, ООО «Вест 2002» и разрезе «Бунгурский – Северный» обеспечило повышение стойкости наплавленных деталей в 1,5 – 2,0 раза.

Предложена и реализована схема комплексных технологий упрочнения деталей: плазменная наплавка; термообработка после наплавки в виде высокотемпературного отпуска; азотирование наплавленного слоя или ультразвуковая поверхностная упрочняющая обработка; отжиг в процессе эксплуатации изделия, восстановительная наплавка изношенного слоя.

В заключении сформулированы основные выводы по работе. В конце диссертации приведены список литературы и приложения. Приложение содержит 6 актов по использованию разработанных в диссертации материалов на предприятиях страны и в учебном процессе.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации. Результаты, выводы и научные положения, выносимые на защиту, имеют высокую степень обоснованности, которая подтверждена применением современных стандартных методов исследования, известных представлений физики прочности и пластичности, согласованием результатов, полученных различными методами и их сопоставимостью с известными общими научными представлениями.

Достоверность результатов подтверждается достаточным объемом полученных данных, их обсуждением на российских и международных конференциях и публикацией 43 печатных работ в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, в том числе в международных изданиях, индексируемых в Web of Science и Scopus, а так же 15 охраняемыми документами на объекты интеллектуальной собственности.

Результаты работы соответствуют поставленным целям и задачам исследования. Все сформулированные в работе научные положения, выводы и рекомендации имеют достаточное обоснование. Научные результаты, выносимые на защиту, получены лично Малушиным Н.Н.

Апробация работы и публикации

Результаты работы неоднократно докладывались на всероссийских и международных конференциях. По материалам диссертации опубликовано 48 работ, в том числе 30 в рецензируемых научных журналах, входящих в Перечень, рекомендованный ВАК РФ для публикации результатов диссертационных исследований, 13 в статьях, включенных в международные базы цитирования Scopus и Web of Science, в трех монографиях, двух учебных пособиях, а также в 15 охраняемых документах на объекты интеллектуальной собственности, остальные публикации – в трудах всероссийских и международных конференций и других научных мероприятиях.

Соответствие диссертации паспорту специальности

По своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне диссертационная работа соответствует специальности 01.04.07. – физика конденсированного состояния по пункту 6. Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами и пункту п. 7. Технические и технологические приложения физики конденсированного состояния паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Замечания по диссертации

В качестве замечаний по диссертационной работе можно указать следующее:

- 1) В работе для объяснения повышения пластичности применяется термин «сверхпластичности», хотя по аналогии с известным в упрочнении сталей термином, объясняющим повышение пластичности, подошёл бы термин «пластичность наведённая превращениями». Кроме того, не описан сам механизм повышения пластичности, реализующийся в рассматриваемом процессе. Необходимо продолжить исследования в данном направлении.
- 2) В работе рассматривается применение ультразвуковой упрочняющей обработки, а точнее ультразвуковой чистовой упрочняющей обработки, вклад которой в повышение твёрдости незначителен, что не позволило в работе более полно реализовать возможности ультразвука. Это может быть связано с недостаточным исследованием механизмов ультразвукового воздействия.
- 3) В работе рассматривается процесс газового азотирования, однако в работе показано, что он существенного вклада в упрочнение наплавленного металла не вносит и его наличие в комплексной технологии для упрочнения рабочих валков холодной прокатки, очевидно, не целесообразно.
- 4) В работе показано, что разработанная технология обеспечивает высокую твердость и износостойкость рабочего слоя, однако высокая износостойкость подтверждена только актами промышленных испытаний и лабораторными исследованиями на установке для ускоренных испытаний деталей тел вращения на износостойкость и контактную прочность. Как известно, наплавленные детали в процессе эксплуатации подвергаются и абразивному износу. Было бы желательно привести экспериментальные данные по этому виду износа.

- 5) В представленном автореферате и в диссертации в списке литературы приводятся данные для некоторых патентов и свидетельств, которые невозможно понять. Так например в документах на РИД в автореферате под номерами 1-6,8,9 (в диссертации под номерами 259,260 и т.п.) указывается, что они заявлены в период с 1977 по 1987 гг., а опубликованные только в 2013 году. Объяснению этим фактам не приводятся.
- 6) В тексте автореферата на рисунке 3 и в диссертации на рисунках 3.15-3.18 отсутствуют доверительные интервалы по оси напряжений.

Представленные замечания не снижают общую положительную оценку диссертации, которая выполнена на высоком научном уровне. Диссертация Малушина Н.Н. на соискание степени доктора технических наук содержит новые и достоверные результаты и является завершённой научно-квалификационной работой, где результаты по разработке комплексной технологии по упрочнению теплостойких сталей имеют фундаментальное и практическое значение.

Заключение

Диссертация «Физические основы комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота», представляемая на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния Малушиным Николаем Николаевичем, соответствует пункту 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (постановление Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 с изменениями (постановления Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 г. № 335 «О внесении изменений в Положение о присуждении ученых степеней» и постановление Правительства Российской Федерации от 20.03.2021 г. № 426 «О внесении изменений в Положение о присуждении ученых степеней»)). Она является научно-квалификационной работой, в которой решена научная проблема установления физических основ комплексной технологии упрочнения теплостойких сплавов высокой твердости, сформированных плазмой в среде азота, имеющая важное хозяйственное значение. Автореферат и основные публикации полностью отражает содержание диссертации. Текст диссертации изложен последовательно, грамотно, имеет внутреннюю логическую структуру.

На основании вышеизложенного, считаю, что автор диссертации Малушин Николай Николаевич заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Я, Клименов Василий Александрович даю свое согласие на включение моих персональных данных в аттестационное дело Н.Н. Малушина и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент

доктор технических наук, специальность
01.04.07 – физика конденсированного со-
стояния, профессор, федеральное государ-
ственное автономное образовательное
учреждение высшего образования «Наци-
ональный исследовательский Томский по-
литехнический университет» (ФГАОУ ВО
НИ ТПУ), заведующий кафедрой – руко-
водитель отделения материаловедения на
правах кафедры инженерной школы но-
вых производственных технологий

Адрес: 634050, Россия, г. Томск, пр. Ле-
нина, 30

Телефон: 8(3822) 65-32-65

E-mail: klimenov@tpu.ru

Клименов

Василий Александрович

Дата подписания отзыва «_27_»_июня_2022 г.

Подпись Клименова Василия Александровича заверяю,

Ученый секретарь Национального исследовательского

Томского политехнического университета



Куличнич Екатерина Александровна

27 июня 2022 г.

Полное наименование организации

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Юридический адрес: 634050, г. Томск, проспект Ленина, д.30. Тел.:+ 7 (3822)-508898 Эл. адрес: klimenov@ tpu.ru