



**ВЫСУНСКИЙ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ
ЗАВОД**

Акционерное общество
«Выксунский
металлургический
завод»

Россия, 607060, Нижегородская обл.,
г. Выкса, ул. Братьев Баташевых, д. 45
тел.: 8 800 250-11-50
факс: +7 (83177) 3-76-05
e-mail: vmz@vsw.ru
www.omk.ru

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

Ботникова Сергея Анатольевича

на диссертационную работу

Житенева Андрея Игоревича

«Разработка методов оценки неметаллических включений в стали транспортного назначения для совершенствования технологии её производства»

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности: 05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов

Актуальность темы диссертации:

Производство высококачественной стали, к которой относится транспортный металл (железнодорожные колеса и рельсы), подразумевает использование самых точных методов оценки неметаллических включений (НВ) в стали. В настоящее время имеет место быть несовершенство методов оценки НВ в производимой стали на современных металлургических предприятиях в России и за рубежом. Например, возможны грубые ошибки при контроле НВ в сталях с помощью светового оптического микроскопа для определения их объемного содержания, размера и характера взаимного расположения или отнесение включений к тому или иному их типу. Такие оценки не отражают реальный состав включений и всю картину в целом. На практике появляется необходимость комбинировать различные методы контроля НВ с применением прямых и косвенных оценок. Поиск оптимального метода оценки НВ очень важен для успешного совершенствования технологии производства высококачественной стали и сталей ответственного назначения. Поэтому выбранная

тема диссертационной работы является **актуальной** для современной металлургической отрасли.

Структура и основное содержание работы:

Во введении представлена актуальность и цель диссертационной работы, поставленные и решенные задачи. Научная новизна сформирована из пяти пунктов. Представлена практическая значимость из четырех пунктов и выносимые положения на защиту из пяти пунктов. Также автор работы во введении показал, как были апробированы результаты работы, личный вклад, структуру и объем диссертации.

В первой главе приведён подробный обзор состояния вопроса о влиянии НВ на свойства сталей, природе включений и методах их оценки. Представлено влияние НВ на технологические, эксплуатационные и сдаточные свойства сталей транспортного назначения, а также особенности формирования включений в непрерывнолитых заготовках. В главе 1 на основании достаточно глубокого анализа литературы показано, что формирование НВ протекает по ходу всех переделов, от выплавки и внепечной обработки до разливки и кристаллизации непрерывнолитых заготовок. Диссертантом в полной мере освещены результаты исследования процессов формирования и эволюции НВ при раскислении и модифицировании стали и образующегося при этом многообразия НВ. Значительное влияние уделено и влиянию процессов затвердевания на эволюцию неметаллических включений. Было отмечено, что каждая отдельная стадия формирования НВ в процессе производства в настоящее время поддается моделированию, но создание комплексной модели, учитывающей взаимное влияние всех факторов, практически невозможно. Проведен обзор существующих методов оценки НВ применительно к сталям транспортного назначения (экстрагирования НВ из образца – фракционный газовый анализ, петрографический метод (электролитический); металлографические методы – оптическая световая микроскопия, рентгеноспектральный микроанализ, методики, основанные на статистике экстремальных значений и методика распределения Гумбеля и Парето для расчета вероятности обнаружения в стали НВ и др.).

В первой главе был отмечен важный момент, что, несмотря на развитие термодинамического и кинетического описания НВ, в настоящее время отсутствует подход, позволяющий одновременно учесть вклад всех сопряженных процессов

образования НВ, их роста и удаления на фоне гидродинамики жидкого и затвердевающего расплава, дендритной и зональной ликвации, формирования различных структурных зон слитка на фоне которых протекает их образование и эволюция. Существующие модели носят частный характер, а модели, учитывающие кинетику процессов, не обоснованы физико-химически. Существующие методы оценки и исследования НВ ограничены, и зачастую могут приводить к ошибкам исследователя. Классификация НВ, предусмотренная этими металлографическими стандартами, проводится по морфологии, а не по составу.

Было установлено, что перспективным является создание методик, основанных на автоматическом рентгеноспектральном микроанализе представительного количества НВ с последующей интерпретацией результатов с помощью термодинамического моделирования, что позволит эффективно совершенствовать технологию производства сталей транспортного назначения.

Во второй главе диссертантом приведено описание изученных образцов и использованных методик исследования. Исследованы промышленные образцы транспортного металла (колесные и рельсовые марки стали: 2-У, Т, В, С, К76Ф) от заготовок сечением 300Х360 мм и диаметром 430 мм и проанализирована технология их производства. Детальное описание технологии внепечной обработки приведено в соответствующих разделах и в Приложении А. В работе диссертант исследовал химический состав образцов с применением спектрометра и общее содержание газов в готовом металле с применением газоанализатора (определение общего содержания кислорода и азота в твёрдой стали проводили с помощью восстановительного плавления в среде гелия). Другим, и основным методом исследования была количественная металлография (количественная оценка дендритной структуры заготовки и оценка содержания НВ по стандарту ASTM E 1245). Диссертант приводит достаточно полное описание методики термодинамического моделирования процессов фазообразования в жидкой и затвердевающей стали (применялась коммерческая программа Fact Sage с базами FACT, FToxid и SGTE).

Диссертантом показан ряд особенностей применения стандартных методик для исследования образцов из сталей транспортного металла. В частности, для наиболее эффективного приготовления шлифов из сталей транспортного назначения следует их

предварительного закаливать. При этом повышается твердость матрицы металла, и НВ лучше удерживаются при шлифовке, а не выкрашиваются. Была усовершенствована методика выявления дендритной структуры литой заготовки, основанная на горячем травлении соляной кислотой. С помощью разработанной новой методики измерений расстояний между дендритными осями второго порядка были получены достоверные значения для восстановления условий затвердевания.

В целом, уровень описания в главе 2 материалов и использованных методов исследования, позволяет сделать суждение о том, что представленные результаты исчерпывающи и достоверны.

В третьей главе разработаны новые методики количественной оценки НВ применительно к колесной стали. Выполнена работа по сравнению результатов оценки НВ в двух независимых лабораториях по сульфидам и оксидам согласно ASTM E 1245. Диссертантом установлено, что объемные доли НВ на наихудших полях зрения после оценки одних и тех же шлифов могут сильно отличаться. Другими словами, диссертанту удалось показать сильную неоднородность распределения НВ по объему образца, из-за которой невозможно применить методику оценки НВ, предлагаемую в стандарте ASTM E 1245. Из-за этой неоднородности нельзя установить закономерности образования НВ в зависимости от технологии внепечной обработки стали и не получить необходимую информацию для совершенствования технологии. Поэтому были рассмотрены другие способы оценки и интерпретации НВ в исследуемых сталях. Было предложено использовать автоматический рентгеноспектральный микроанализ частиц (AFA – Automatic Feature Analysis) с целью корректной оценки химического анализа НВ и последующий кластерный анализ НВ. Включения разделяли по принципу близости химического состава с использованием широко известного алгоритма k-средних. В итоге это позволило адекватно оценивать основные группы НВ, характерные для исследуемого образца. Был сопоставлен состав кластеров НВ с результатом термодинамического моделирования, что в итоге позволило установить природу каждого кластера, и далее ассоциировать эту природу с той или иной стадией металлургического передела. Данная информация может быть полезной для разработки технологических рекомендаций, направленных на повышение чистоты стали по НВ.

Представлена математическая основа статистики экстремальных значений, которая описана в стандарте ASTM E 2283. Детально описана методика получения информации согласно этому стандарту. Методика основана на поиске наибольшего НВ на каждом из 4-х сечений площадью 150 мм² на шести контрольных образцах, отобранных из колеса одной плавки. Для того чтобы на разных плоскостях не считать дважды одно и то же включение, каждую следующую шлифовку проводили на глубину не менее 300 мкм. В настоящей методике итоговая площадь контроля НВ составляет 1,36м², что делает такую оценку достоверной. Для автоматизации измерений и исключения субъективности оценки описанная методика, основанная на статистике экстремальных значений, реализована в виде плагина анализатора изображений Thixomet Pro. Представленный подход позволил совместить возможность определения средней объемной доли НВ в соответствии со стандартом ASTM E 1245 и анализ одиночных крупных НВ в соответствии с ASTM E 2283.

Таким образом, в **третьей главе** диссертантом показано, как комбинируя существующие и разработанные в диссертации методики оценки НВ можно получить достоверную оценку состава и размера неметаллических включений с учетом неравномерности их распределения по объему образцы.

В четвертой главе представлено исследование эволюции неметаллических включений по ходу сталеплавильного передела для 6-и плавков. При прочих равных условиях исследовано влияние процессов раскисления и модифицирования стали (ввод в металл раскислителей и модификаторов, их количество и порядок отдачи по ходу производства) на поведение НВ.

Влияние схемы раскисления стали было изучено непосредственно по следующим схемам:

- без раскисления алюминием на выпуске плавки из конвертера (предварительное раскисление осуществляли карбидом кальция – CaC₂) и последующий ввод алюминия совместно с ферросплавами (одновременно) и после ввода ферросплавов, содержащих кремний и марганец (более поздний ввод алюминия в металл ближе к разливке на МНЛЗ);

- с раскислением алюминием на выпуске плавки из конвертера с аналогичными вариантами ввода алюминия на выпечной обработке как описано выше, но с отличием по расходу кальцийсодержащего материала для модифицирования включений.

Отдельно было рассмотрено влияние расхода кальция на содержание в металле НВ (пониженный, средний и повышенный расход силикокальция).

Проделана колоссальная и глубокая работа по отработке гипотез влияния данных процессов на содержание в металле НВ. Уделено внимание некоторым технологическим нюансам, которые значительно влияют на качество металла: продолжительность выпуска металла в сталеразливочный ковш, порядок и тип применяемого материала для раскисления и др. Некоторые предположения и гипотезы закрепляются термодинамическим моделированием НВ. Была попытка интерпретировать то, что происходит по факту в металле при температурах сталеварения с учетом металлографического и термодинамического подходов.

Проведен физико-химический анализ процессов раскисления и модифицирования колесной стали с помощью термодинамических расчетов образования НВ при температурах раскисления и модифицирования. Было установлено, что в изученных пределах схема раскисления на выпуске из кислородного конвертера не оказывает значительного влияния на загрязненность НВ конечной продукции, а крупные НВ, являющиеся причиной брака в колесных сталях, образуются во время модифицирования порошковой проволокой силикокальция. Было также отмечено, что с увеличением количество введенного кальция количество и размер НВ увеличивается.

В пятой главе приведено исследование распределения НВ по сечению сортовых непрерывнолитых заготовок для рельсовой и колесной стали в зависимости от технологии раскисления и модифицирования стали. При затвердевании стали в кристаллизаторе МНЛЗ были учтены следующие четыре фактора: 1 - несимметричный подвод струи жидкого металла; 2 – несимметричность тепловой работы кристаллизатора и локальное прилипание корочки к кристаллизатору; 3 – несимметричность тепловой работы вторичного охлаждения МНЛЗ; 4 – неравномерно протекающие процессы усадки металла и связанное с ней неравномерное образование газового зазора между корочкой слитка и стенками кристаллизатора. Данные факторы приводят к смещению глобальных тепловых

центров и появлению несимметричных тепловых полей в объемах металла при кристаллизации и затвердевании, и к формированию разнотолщинной корочки металла в кристаллизаторе. Показано, что для определения объема металла, наиболее загрязненного НВ, необходимо иметь четкое представление о расположении области стыка столбчатых и разориентированных кристаллов, то есть предварительно выявлять дендритную структуру по методике, представленной в данной диссертационной работе.

Было установлено, что при слабом модифицировании кальцием сортовая заготовка наиболее загрязнена оксидами и сульфидами на стыках следующих смежных структурных зон:

- зоны столбчатых кристаллов с зоной разориентированных кристаллов заготовки для колес;
- зоны мелких равноосных прикорковых кристаллов с зоной столбчатых кристаллов, а также области сопряжения зон столбчатых кристаллов в углах «конверта» заготовки для рельсов.

При сильном модифицировании кальцием найденные закономерности выполняются для оксидов, а сульфиды распределены по НЛЗ случайным образом.

В данной главе также было показано, как используя усовершенствованную методику выявления дендритной структуры заготовки и панорамные исследования, можно измерить расстояния между дендритными ветвями второго порядка и восстановить условия затвердевания непрерывнолитых заготовок для детальной интерпретации характера распределения НВ по сечению. В колесной заготовке расстояния между дендритными ветвями второго порядка увеличиваются к центру заготовки, а в рельсовой заготовке такой характер изменения ветвей второго порядка обнаружен в области столбчатых кристаллов. В центральной зоне разориентированных кристаллов заготовки для рельсов ветви второго порядка возрастает незначительно.

Итогом **пятой главы** являются выявленные особенности распределения включений по сечению непрерывнолитых заготовок круглой и прямоугольной формы (колесной и рельсовой заготовки соответственно).

В шестой главе рассмотрено, как применить разработанные методики оценки НВ и найденные закономерности в поведении НВ для совершенствования технологии

внепечной обработки сталей для железнодорожных колес. Было установлено, что наибольшее содержание НВ было в плавках, где алюминий не вводили на выпуске плавки и вводили его ближе к отдаче плавки на разливку (плавка А5) и с наибольшим количеством силикокальция (плавка А7: расход СК30 – 1,3 кг/т). Наиболее чистая сталь по НВ получена в плавке с наименьшим расходом силикокальция для модифицирования (плавка А6: расход СК30 – 0,4 кг/т). В металле данной плавки минимально количество оксидов и сульфидов как в заготовке, так и в готовом прокате (колесах). В остальных опытных плавках загрязненность НВ заготовок примерно одинаково.

В работе было предложено изменить порядок ввода в металл раскислителей на выпуске плавки из конвертера, заменить ввод алюминия на установке ковш-печь с чушек на катанку, перенести процесс модифицирования металла кальцием с конца внепечной обработки на ковше-печи на конец обработки после рециркуляционного вакуумирования, и была исключена интенсивная продувка стопоров-моноблоков в промежуточном ковше аргоном с целью снижения эмульгирования шлака кристаллизатора. Данные изменения были направлены на минимизацию эндогенных и экзогенных НВ.

Был разработан комплексный критерий для определения оптимального расхода порошковой проволоки силикокальция. Критерий учитывает реальные концентрации алюминия и серы в расплаве непосредственно перед его модифицированием. При расходе кальция выше оптимального происходит образование жидких включений ($12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$), вызывающих эрозию огнеупоров, а при расходе кальция ниже оптимального процесс модифицирования протекает не в полной мере. На основе этого критерия была создана номограмма для установления оптимального расхода порошковой проволоки силикокальция во время внепечной обработки. При оптимальном расходе силикокальция возможен компромисс: размер и оксидов, и сульфидов, не превышает допустимых значений.

Предложен новый подход по отбраковке металла по НВ на этапе литой заготовки, что в итоге может существенно сократить ресурсы на производство готового изделия (колеса). Данный контроль может быть использован не только внутри одного предприятия, но и на заводах, приобретающих заготовку у других производителей. Тут

же было установлено, что места, наиболее загрязненные НВ в заготовке после деформации, переходят в места, контролируемые в готовых изделиях. Обоснована методика пробоотбора для входного контроля заготовки перед производством рельсов и колес, и предложена схема проведения контроля для отсортировки загрязненных НВ заготовок.

Практическая значимость заключается в том, что, используя разработанные методы оценки НВ можно получить достоверную информацию о содержании неметаллических включений в готовом изделии. Разработанная и внедренная в промышленную практику методика пробоотбора металла от заготовки для оценки НВ позволяет до начала производства готовых изделий (колеса или рельса) осуществлять отбраковку металла, что в итоге снижает брак в готовых изделиях и в комплексе позволяет экономить ресурсы предприятия.

Научную новизну представляет разработанная методика изучения НВ, основанная на кластерном анализе составов представительного количества включений с помощью метода k-средних и методика, основанная на статистике экстремальных значений, которая предсказывает наибольшие размеры включений, неравномерно распределённых в объёме готовых изделий. Была раскрыта металлургическая природа всех обнаруженных в стали и объединённых в кластеры НВ с учётом всего многообразия взаимосвязанных процессов протекающих при производстве, что позволяет целенаправленно совершенствовать технологию выплавки и разлива стали. Предложено соотношение концентраций алюминия, серы и кальция, обеспечивающее снижение загрязнённости НВ колесной и рельсовой стали. В работе установлено, что места сопряжения структурных зон непрерывнолитых заготовок наиболее загрязнены НВ и именно эти области заготовки при деформации трансформируются в места пробоотбора для контроля НВ в готовых изделиях.

Полученные результаты доложены 14-и печатных работах и неоднократно обсуждались на различных конференциях и симпозиумах (съездов) и получили одобрение ведущих специалистов металлургических предприятий, что подтверждает достоверность и значимость полученных в работе результатов.

По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. Исследование проводили в плавках с общим содержанием кислорода 25-35 ppm (таблица 7, страница 65), что считается не чистой сталью по оксидам.
2. В таблице 2 на странице 43 показано, что не для всех изученных марок было проведено полномасштабное исследование образцов по ходу передела от выпуска из конвертера до готового изделия, включая образцы по ходу внепечной обработки. Такое исследование, по сути, было проведено только для железнодорожных колес из стали марки С. Для остальных сталей исследованы только образцы от непрерывнолитых заготовок. Поэтому рекомендуется работу продолжить для получения исчерпывающей информации по всему названному сортаменту.
3. На рисунках 3.8 (а) и 3.8 (б) на странице 66 не понятна последовательность ввода материалов в ковш. Тут же на рисунке 3.8 (б) обозначен расход флюорита в количестве 702 кг, который считается излишним и нецелесообразным для 160 тонной плавки, так как негативно влияет на загрязнения стали экзогенными включениями, попадающими в расплав из футеровки ковша.
4. В процессе исследования проб по ходу сталеплавильного производства не учтен или не описан в диссертации важный технологический параметр – интенсивность продувки расплава инертным газом.
5. На рисунке 4.19 во всех плавках после вакуумирования отмечается увеличение объёмной доли НВ. Этот результат связан с некорректным отбором пробы металла сразу после ввода порошковой проволоки СК30. Для проверки чистоты стали по НВ необходимо было отбирать пробу после очистительной продувки как минимум через 8 и более минут, а не через 3-5 минут или сразу после ввода кальция в металл.
6. В диссертационном исследовании были упущены процессы вторичного окисления металла и взаимодействия металла с огнеупорами и шлаком промежуточного ковша МНЛЗ при разливке, которые также ухудшают качество стали по НВ. Основной упор в работе был сделан на процессы раскисления и модифицирования стали в сталеразливочном ковше.
7. Считается, что схема отдачи сильного раскислителя (Al) после кремния и марганца на выпуске из сталеплавильного агрегата не совсем оптимальная для получения в готовых изделиях минимального содержания оксидов (см. таблицу 13 на 139 стр. –

выпуск из КК). Твёрдые включения глинозема или включения, богатые глиноземом, удаляются быстрее, чем жидкие силикаты марганца (см. литературный источник 61: Кнюппель Г. Раскисление и вакуумная обработка стали. Пер. с нем. М.: Metallurgia, 1984. 414 с. с ил.).

Вышеуказанные замечания не снижают ценность представленной работы. В целом, диссертационная работа Житенева Андрея Игоревича выполнена на современном научно-техническом уровне и представляет собой законченное исследование.

Диссертационное исследование соответствует отрасли технических наук, а именно формуле специальности 05.16.02 – Metallurgia черных, цветных и редких металлов: п.4 - Термодинамика и кинетика металлургических процессов; п.8 - Кристаллизация расплавов; п.15 - Внепечная обработка металлов.

Содержание автореферата Житенева А.И. соответствует содержанию диссертации.

Результаты работы доложены на 8 научных конференциях, основные данные проведенных исследований опубликованы в 7 научных статьях из изданий, рекомендованных ВАК РФ или входящих в международные базы данных Scopus или Web of Science.

Считаю, что диссертационная работа «Разработка методов оценки неметаллических включений в стали транспортного назначения для совершенствования технологии ее производства» полностью удовлетворяет требованиям пункта 9 Положения «О присуждении ученых степеней» ВАК Министерства образования и науки РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Житенев Андрей Игоревич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallurgia черных цветных и редких металлов.

Я, Ботников Сергей Анатольевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Житенева Андрея Игоревича и их дальнейшую обработку.

Главный технолог

Дирекции по реализации проектов, к.т.н.

АО «ВМЗ»

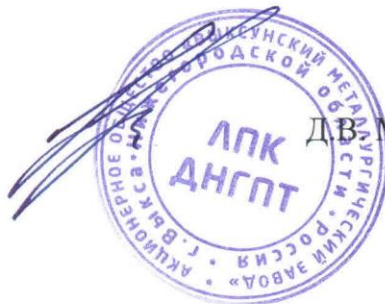
С.А. Ботников

Дата 10.01.2020 г.

Подпись Ботникова С.А. заверяю

Начальник Литейно-прокатного комплекса

АО «ВМЗ»



Д.В. Мороз

Расшифровка подписей:

Ботников Сергей Анатольевич

Мороз Дмитрий Васильевич

Тел. +7(83177) 9-09-58

botnikov_sa@vsw.ru

Акционерное общество

«Выксунский металлургический завод»

Россия, 607060, Нижегородская обл.,

г. Выкса, ул. Братьев Баташевых, д. 45