

Отзыв

на кандидатскую диссертацию Я. И. Табакова «Разработка методов контроля чистоты углеродистых сталей по азотсодержащим фазам и корректировка технологии выплавки рельсовой стали»

Актуальность диссертационной работы Я. И. Табакова обусловлена необходимостью получения более детальной информации о количестве и форме присутствия азота в сталях. Повышение степени чистоты стали по вредным примесям является основной тенденцией развития сталеплавильного производства. Азот является одной из трудноудаляемых примесей в стали. Он может находиться в твердом растворе и в форме нитридов, влияние азота на свойства стали зависят не только от его общего содержания, но также и от его содержания в растворе и от количества нитридов. Поэтому назрела необходимость разработки экспрессных методов определения количества азота в различных формах.

Научная новизна работы Я.И. Табакова заключается в дальнейшем развитии метода высокотемпературной экстракции в несущем газе применительно к определению различных форм азота. Для идентификации получаемых кривых газовыделения автором определены характерные параметры диссоциации нитридов в углеродистом расплаве: характеристические температуры, влияние содержания нитридообразующих элементов, типа нитрида, количества нитридов, скорости нагрева. В результате разработаны методики экспрессного определения свободного и связанного азота.

Разработанные методики готовы для их практического применения для определения содержания различных форм азота в углеродистых сталях. В частности они использованы для определения влияния содержания нитридов титана на качество железнодорожных рельсов и количества нитридов титана в рельсах производства НТМК, а также для определения влияния доли свободного азота на прочность и пластичность арматурной и кордовой сталей Белорусского металлургического завода.

При выполнении диссертационной работы автором использованы современные методы и аппаратура. Разработанные методики определения различных форм азота в стали основаны на использовании газоанализатора кислорода и азота ТС-600 фирмы Лесо. Для контрольного определения растворенного азота методом высокотемпературной водородной экстракции разработан оригинальный газоанализатор на основе трубчатой печи фирмы Linn High Therm и спектрофотометра Эксперт-003 фирмы Эконикс. В работе использованы Оже –спектрометр JAMP-9500 фирмы Jeol, оптический микроскоп Olympus PME-3 с видеокамерой и анализатором изображений IA-3001, атомно-эмиссионный спектрометр тлеющего разряда Лесо GDS-850A, программный продукт Thermocalc.

Диссертация состоит из трех глав, введения, общих выводов по работе и списка литературы.

В литературном обзоре кратко рассмотрены растворимость и формы присутствия азота в стали, влияние азота на свойства стали, взаимодействие азота с дислокациями и подробно методы определения свободного и связанного азота в стали. При описании кинетики растворения азота автор приводит устаревшие представления из работ 30-40 гг. (Chirman J., Naeser G.). Изучение кинетики растворения-десорбции азота не является задачей данной работы, поэтому нет необходимости рассматривать историю, было бы достаточно кратко изложить современные представления об этом процессе.

Достаточно детально для целей данной работы рассмотрены существующие методы определения свободного и связанного азота в стали (метод Бигли, метод высокотемпературной водородной экстракции, метод внутреннего трения, метод термо-ЭДС, метод атомно-эмиссионной спектроскопии, оптической и электронной спектроскопии и метод высокотемпературной экстракции в токе несущего газа. Показано, что в настоящее время отсутствуют экспрессные методы определения различных форм азота в стали.

Вторая глава диссертации посвящена разработке методики количественного определения нитридов титана и алюминия в рельсовой стали на основе метода высокотемпературной экстракции в несущем газе с использованием анализатора кислорода и азота ТС-600 фирмы Лесо. Выплавлены модельные сплавы с различным содержанием углерода, алюминия, титана и азота. Экспериментально и теоретически определены характеристические параметры диссоциации нитридов в углеродистом расплаве, необходимые для идентификации получаемых при анализе кривых газовой выделения: температуры начала диссоциации и максимума пика газовой выделения, влияние титана на механизм диссоциации TiN , влияние типа нитрида и содержания нитридообразующего элемента на форму пика. Получены аналитические выражения для определения температур начала диссоциации нитридов титана и алюминия в углеродистом расплаве. Результаты расчетов удовлетворительно согласуются с экспериментально измеренными температурами. Отклонение не превышает 50К. Разработанная на модельных сплавах методика проверена на промышленных образцах рельсовой стали. Получено хорошее согласование расчетных и экспериментальных данных о количестве азота, связанного в нитриды титана и алюминия, стандартное отклонение составило по нитриду титана до 17%, по нитриду алюминия до 26%, воспроизводимость результатов анализа образцов из одного рельса составила по нитриду титана 22% при уровне 7,7 ppm. Достигнутой точности достаточно для решения технологических задач. В качестве примера проведена оценка влияния количества оксидов и нитридов титана на стойкость рельсов. Установлено, что для обеспечения стойкости

рельсов порядка 1000 млн тонн (Япония и Франция) суммарное содержание азота в нитридах и кислорода в оксидах не должно превышать 10 ppm. Для дальнейшего повышения точности анализов по-видимому потребуется более высокая определенность при идентификации пиков газовой выделения (рис. 23. стр. 54 дисс.).

Выражение «..фазовый состав нитридных включений ...при условии равновесия в системе.» на стр. 59 неудачно, так как при равновесии нитридное включение- это одна гомогенная фаза необязательно стехиометрического состава.

«Количество кислорода в составе недеформируемых оксидов..», стр. 67. Метод ФГА дает только количество кислорода в оксидах, но не различает их по деформируемости.

Третья глава диссертации посвящена разработке методики экспрессного определения содержания растворенного азота в углеродистых сталях на примере кордовой и арматурной сталей с содержанием углерода от 0,10 до 0,97% на основе метода высокотемпературной экстракции в несущем газе. Для контроля правильности разрабатываемой методики была также создана установка для высокотемпературной водородной экстракции азота с фотоколориметрическим окончанием. Температурный режим выделения растворенного азота при экстракции в несущем газе определяли на основании расчетных температур начала диссоциации нитридов в исследуемых сталях. Воспроизводимость по свободному азоту составила 10 ppm при уровне его содержания в арматурной стали 70 ppm. Это хороший результат при времени анализа до 10 мин., вполне достаточный для решения технологических задач. По разработанной методике было определено содержание растворенного азота в образцах кордовой и арматурной стали с добавками нитридообразующих элементов. Данные для арматурной стали сравнили с результатами механических испытаний. Установили, что при легировании арматурной стали бором уменьшается доля свободного азота и склонность стали к деформационному старению. Далее автор утверждает «.. легирование стали бором позволяет повысить пластические свойства стали», стр. 91. Однако по результатам, приведенным в таблице 14, стр. 90, пластичность стали, характеризуемая относительным удлинением, при добавке бора уменьшается с 5,06 до 4,7% для \varnothing 8 мм и с 5,3 до 5,04 для \varnothing 10 мм.

Список литературы насчитывает 133 источника. Ссылки имеются по всем, рассмотренным в диссертации, темам. Нужно отметить в списке литературы опечатки, у некоторых источников не полностью приведены библиографические данные, например нет страниц.

Приведенные замечания не снижают общей положительной оценки работы. Главное автором впервые разработаны достаточно точные экспрессные методы определения свободного и связанного азота в

углеродистых сталях, дающие технологам эффективный инструмент контроля качества стали в части ее химсостава.

Автореферат отражает основное содержание диссертации.

В целом диссертационная работа Я.И. Табакова соответствует требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а автор ее Я.И. Табаков заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Оппонент

Д.т.н., профессор, гл. науч. сотрудник
кафедры МЗМ НИТУ «МИСиС»

 А.Г. Свяжин

Подпись А.Г. Свяжина заверяю

Проректор по безопасности и общим вопросам

 И.М. Исаев

