

до спеціалізованої
вченої ради ФФ 08.08.4019
5.09.2023р.
Голова СВР Микола Франчук 10.1

ВІДГУК

офіційного опонента Борисенка Андрія Юрійовича на дисертацію

Кривчик Лілії Сергіївни

**«РОЗРОБКА ПАРАМЕТРІВ ЗМІЦНЮЮЧИХ ТЕХНОЛОГІЙ
ТРУБНОГО ІНСТРУМЕНТУ ДЛЯ ВИРОБНИЦТВА
ГАРЯЧЕПРЕСОВАНИХ І ХОЛОДНОДЕФОРМОВАНИХ ТРУБ»,
представленої на здобуття наукового ступеня доктора філософії за
спеціальністю 132 «Матеріалознавство»**

Актуальність обраної теми

Дисертаційна робота Кривчик Лілії Сергіївни присвячена вирішенню важливої науково-технічної проблеми — підвищенню експлуатаційних властивостей трубного інструменту для виробництва гарячепресованих і холоднодеформованих корозійностійких труб за рахунок використання розроблених раціональних режимів термічної та хіміко-термічної обробки, нанесення зносостійких покриттів і покриттів аморфних сплавів на робочу поверхню інструменту.

В роботі розроблені зміцнюючі технології об'ємного загартування з багаторазовим відпуском і азотуванням інструменту та нанесенням багатошарових вакуумно-дугових покриттів TiN, TiZrN, NbN, TiZrN/NbN, TiN/CrN на азотовані штампові сталі 4X5MФ1С, 5X3B3MФС для виготовлення матричних кілець, голок-оправок трубопрофільних пресів, а також роликів, опорних планок і оправок станів ХПТР при суттєвому скороченні часу отримання дифузійних шарів робочої товщини. Ці нові методики замість існуючих дозволяють суттєво підвищити міцність, зносостійкість, витривалість, опір крихкому руйнуванню, поверхневу твердість інструменту.

Виконання дисертаційної роботи пов'язано з тематичними планами держбюджетних науково-дослідних робіт Українського державного університету науки і технологій.

Вищенаведене характеризує тему дисертаційної роботи, що рецензується, як актуальну й підтверджує відповідність її встановленим вимогам за ознакою «актуальність обраної теми дисертації».

Оцінка структури та змісту дисертації

Дисертаційна робота складається зі вступу, основної частини (п'ять розділів з висновками до кожного з них), загальних висновків, списку використаних джерел зі 209 найменувань і додатків. Загальний обсяг дисертаційної роботи викладено на 208 сторінках загального машинописного тексту, з яких 172 сторінки основного тексту, містить 112 рисунків, 54 таблиці.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, надано інформацію щодо зв'язку роботи з науковими програмами, планами, темами, сформульовано її мету та завдання досліджень, вказано об'єкт, предмет та методи досліджень, викладено наукову новизну та практичну цінність отриманих результатів, а також відомості щодо особистого внеску здобувача, апробації отриманих результатів, представлені дані щодо структури та обсягу дисертації.

В першому розділі виконаний аналітичний огляд стану питання і обґрунтовано вибір напрямку досліджень та сформульовано завдання дисертаційної роботи. Детально описані сучасні шляхи зміцнення деталей машин і інструменту.

На підставі результатів проведеного аналізу сформульована мета та завдання досліджень.

В другому розділі наведені відомості щодо матеріалів, методів та стандартних і оригінальних методик досліджень, зразків, обладнання та апаратури, які автор використовувала у своїх дослідженнях. В роботі використані методи світлової та растрової електронної мікроскопії, рентгеноструктурного фазового аналізів; визначення механічних і технологічних властивостей.

Третій розділ присвячений всебічному аналізу факторів, що впливають на рівень механічних властивостей сталей. Досліджено вплив температури нагріву при

загартуванні на мікроструктуру, розмір аустенитного зерна і механічні властивості сталі, а також вплив температури відпуску на отримання значень твердості загартованої і відпущеної сталі. Визначено оптимальну температуру загартування і відпуску штампових сталей для виготовлення трубного інструменту.

Виміряна мікротвердість експериментальних зразків сталей на різній відстані від поверхні і побудовані графіки залежності мікротвердості від глибини визначення твердості, які свідчать про високі значення твердості і зносостійкості інструменту в результаті проведення хіміко-термічної обробки і нанесення покриттів, що підтверджується результатами мікроструктурного аналізу, електронної мікроскопії і рентгеноструктурних досліджень.

Результати виміру мікротвердості сталей 60C2XФА і 4X5МФ1С після іонного азотування свідчать про значно вищі показники у штамповій сталі, а значить і більш високі експлуатаційні ресурси інструменту з сталі 4X5МФ1С в порівнянні з традиційною сталлю 60C2XФА.

Встановлені особливості структуроутворення в поверхневих шарах товщиною 50-70 мкм напівтеплостійких вториннотвердіючих штампових сталей 4X5МФ1С, 5X3В3МФС для трубного інструменту після їх іонного азотування в газовій плазмі дугового розряду, які полягають в утворенні структури твердого розчину, у якому знаходяться нітриди Fe_{2-3}N (ϵ -фаза), Fe_4N (γ' -фаза) і мартенсит відпуску, насичений азотом, під яким знаходиться підшар азотистого фериту (α -фаза), у якому при охолодженні виділяються нітриди хрому, молібдену і ванадію, що дозволяє забезпечити зміцнення металу поверхні інструменту до рівня $H=8000 - 12000$ МПа.

Визначені причини підвищення механічних та трибологічних властивостей поверхневих шарів сталей 4X5МФ1С, 5X3В3МФС і, як наслідок, зростання ресурсу роботи трубного інструменту в 1,5–2 рази у порівнянні з існуючими технологіями його виробництва, завдяки формуванню на поверхні інструменту структурного стану азотованого заліза, ϵ -фази (Fe_{2-3}N), γ' -фази (Fe_4N) і покриття при використанні багатошарових субструктурних покриттів TiN, TiZrN, NbN,

TiZrN/NbN, TiN/CrN після нанесення їх в єдиному технологічному процесі з іонним азотуванням з використанням вакуумно-дугового розряду.

Проведені реальні дослідження в виробничих умовах по зміцненню трубопресового інструменту при різних температурних режимах загартування з використанням в якості загартувального середовища замість масла полімерного середовища Aqua-Quench 400, яке успішно використовується як замінювач масла для загартування сталевих виробів.

У четвертому розділі були побудовані моделі розподілу мікротвердості по глибині дифузійної зони. Спираючись на установлені загальнотеоретичні уявлення теорії фазових перетворень у роботі проведено розрахунок низки математичних моделей, що описують розподіл мікротвердості по глибині дифузійної зони. Розрахунки поліноміальних моделей розподілу мікротвердості дифузійної зони базувалися на основі стандартних методів кореляційно-регресійного аналізу.

Показано, що моделі які побудовані на основі перетворення рівняння Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврамі, можуть бути кориснішими ніж моделі, побудовані на основі регресійного аналізу, більш обґрунтованої для інтерпретації значень мікротвердості у дифузійній зоні поверхні, що насичується.

П'ятий розділ присвячений практичному використанню результатів досліджень у виробничих умовах. Наведено проведення випробувань трубопресового інструменту в виробничих умовах і проведення випробувань трубного інструменту для холодної роликової прокатки корозійностійких труб в виробничих умовах.

У загальних висновках дисертації викладено найбільш важливі наукові та практичні результати, що були отримані в процесі дисертаційного дослідження і які сприяли розв'язанню сформульованого науково-прикладного завдання.

Список джерел, які були використані в аналітичному огляді завдання, достатньо повно охоплює зазначену галузь знань та відображає основні напрями розвитку досліджень та технології термічного зміцнення трубного інструменту.

Матеріали дисертації викладені послідовно, а їх оформлення відповідає вимогам щодо дисертацій на присвоєння вченого звання доктора філософії. Мова і стиль дисертації забезпечують доступність сприйняття викладення матеріалів досліджень, наукових положень, висновків і рекомендацій. Дисертація написана та оформлена відповідно до вимог щодо дисертацій доктора філософії.

Наукові результати дисертації

1. Вперше для інструментальної сталі 4X5MΦ1C—встановлені особливості структуроутворення з формуванням в поверхневому шарі багат шарових мікро- і субструктурних покриттів з мікротвердістю до 23000-25000 МПа TiN, TiZrN, NbN, TiZrN/NbN, TiN/CrN після комбінованої термічної обробки – об'ємного загартування з подвійним відпуском на вторинну твердість та поєднанням третього відпуску з іонним азотуванням у вакуумно-дуговому розряді і нанесенням багат шарових зносостійких покриттів.

2. Вперше встановлено для вториннотвердіючих штампових сталей 4X5MΦ1C, 5X3B3MΦC утворення структурно-фазового складу поверхневого шару, який включає нітридну зону з послідовно розташованими ділянками нітридів $Fe_{2-3}N$ (ϵ -фаза) і Fe_4N (γ' -фаза), під яким знаходиться підшар насиченого азотом мартенситу відпуску (α -фаза), при охолодженні якого виділяються нітриди хрому, молібдену, ванадію, вольфраму і який повільно переходить у вихідну структуру мартенситу відпуску з карбідами легуючих елементів, при проведенні комбінованої термічної обробки - об'ємного загартування з подвійним відпуском на вторинну твердість та іонного азотування при температурі 540-570⁰С у вакуумно-дуговому розряді на глибину 50-70 мкм.

3. Вперше для вториннотвердіючих штампових сталей 4X5MΦ1C, 5X3B3MΦC встановлено, що при використанні термічної обробки, яка включає об'ємне загартування з подвійним відпуском на вторинну твердість та карбонітрацію в розплаві солей ціанатів і карбонатів лужних металів та подальшого

окисидування в лужному розплаві, реалізуються закономірності структуроутворення зміцненого шару, структурно-фазовий склад якого включає поверхневий карбонітридний шар ε - карбонітриду типу $\text{Fe}_3(\text{NC})$, під яким послідовно розташовується зона γ^1 -фази типу $\text{Fe}_4(\text{NC})$, що переходить у дифузійну зону (гетерофазний шар) з α -фази (насичений азотом мартенсит відпуску) і нітридів та карбонітридів легуючих елементів, який повільно переходить до мартенситу відпуску з карбідами W, Mo, V і Cr.

4. Вперше для вториннотвердіючих штампових сталей 4X5MФ1C, 5X3B3MФC при використанні комбінованої термічної обробки, яка включає об'ємне загартування з подвійним відпуском на вторинну твердість та подальше нанесення плазмовим способом поверхневого шару сплаву системи Fe-Si-B, додатково легованого Ni, Cr, Mo, Co, P і C, отримано структурний стан аморфно-кристалевого шару товщиною 100-150 мкм на поверхні інструменту.

Практична значимість:

1. На основі результатів теоретичних і експериментальних досліджень запропоновано нові способи і технології комбінованих обробок з поверхневим зміцненням трубопресового інструменту та інструменту для холодної роликової прокатки корозійностійких труб з використанням сталей марок 4X5MФ1C і 5X3B3MФC і покриттів (Пат. № 143032, опубл. 10.02.2020р., Пат. № 146692, опубл. 11.03.2021 р., Пат. № 148695, опубл. 19.02.2021 р., Пат. № 151611, опубл. 18.08.2022 р.).

2. Результати роботи пройшли дослідно-промислову апробацію на ТОВ «ВО ОСКАР» (м. Дніпро і м. Нікополь) (Акти додаються). Результати роботи впроваджені на трубних підприємствах України (ТОВ «ВО ОСКАР» і ПрАТ «Сентравіс Продакшн Юкрейн») (Акти додаються). Впровадження запропонованих в роботі комбінованих технологій термічного зміцнення, газового і іонного азотування, карбонітрації, нанесення субструктурних зносостійких покриттів і

покриттів аморфних сплавів на робочі поверхні матричних кілець, роликів, голок-оправок, опорних планок значно підвищує експлуатаційну стійкість інструменту в 1,5 – 2,5 рази і покращує якість внутрішньої поверхні корозійностійких труб, а також знижує собівартість виготовлення труб.

3. Сумарний економічний ефект від впровадження запропонованих технологій становить 424,5 тис. грн. Результати дисертаційної роботи впроваджені в освітній процес дисциплін «Основи теорії і практики термічної обробки металів», «Особливості технологічних процесів термічної обробки металів», «Інженерія поверхні металовиробів» для студентів спеціальності 132 «Матеріалознавство» ННІ ПБТ УДУНТ.

Повнота викладення результатів досліджень в опублікованих працях

За результатами виконаних досліджень опубліковано 32 роботи, в тому числі 7 статей у спеціалізованих виданнях України, з них 1 стаття опублікована в наукових періодичних виданнях, що входять до міжнародних наукометричних баз даних Scopus, 4 патенти та 25 тез доповідей.

Зауваження по дисертаційній роботі

По дисертаційній роботі можна зробити наступні зауваження:

1. Якість представлених фотографій мікроструктур, які одержані за допомогою світлового мікроскопу, не дозволяє впевнено ідентифікувати структурні і фазові складові, зокрема «перліт», «ферит» на рис. 2.10; «мартенсит мілкоголчастий», «аустеніт залишковий» і «карбіди» на рис. 3.2. та інші елементи мікроструктури, які наведені на рис. 3.6, 3.7 та ін.

2. В рукопису дисертації маються фотографії мікроструктур, які повторюються: рис. 3.9, в, 3.9, ж, 3.10, д, 3.10, ж; рис. 3.9, г, 3.9, е; рис. 3.10, е, 3.10, з та інші.

3. На стор. 96 говориться про вторинне твердіння мартенситу при дворазовому

відпуску. Вважаю, що це твердження некоректне, так як при відпуску відбувається розпад мартенситу з утворенням карбідів, які викликають підвищення твердості. Цей процес має бути справедливим і для розпаду мартенситу, що утворився з залишкового аустеніту, якщо останнє справді відбувається.

4. Необхідно пояснити, яким чином можливе і здійснюється управління якісним складом та товщинами шарів багат шарових покриттів.

5. У рукописі дисертації зустрічаються орфографічні та стилістичні помилки, наприклад, «перлит» замість «перліт», при «електронному дослідженні» замість «дослідження методом растрової електронної мікроскопії (РЕМ)». Необхідно також пояснити (дати переклад) буквосполученню «wt» за вказівкою масових часток фаз, визначених рентгенівським методом.

Однак, зроблені зауваження не знижують загальної позитивної оцінки дисертації.

Відповідність змісту дисертації спеціальності

Дисертаційна робота Л.С.Кривчик «Розробка параметрів зміцнюючих технологій трубного інструменту для виробництва гарячепресованих і холоднодеформованих труб», за своїм змістом відповідає паспорту спеціальності 132 «Матеріалознавство».

Загальний висновок та оцінка роботи

Дисертаційна робота Кривчик Лілії Сергіївни на тему «Розробка параметрів зміцнюючих технологій трубного інструменту для виробництва гарячепресованих і холоднодеформованих труб» є завершеним науково-прикладним дослідженням, виконаним на високому науковому рівні та відповідає вимогам, передбаченим «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії» (затвердженого постановою Кабінету

Міністрів України № 44 від 12 січня 2022 р.), положенням Вимог до оформлення дисертації (затверджених наказом Міністерства освіти і науки України №40 від 12 січня 2017 р.), а здобувач **Кривчик Лілія Сергіївна** заслуговує на присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 – «Матеріалознавство».

Офіційний опонент:

старший науковий співробітник

відділу термічної обробки

металу для машинобудування

Інституту чорної металургії

НАН України ім. З.І. Некрасова,

доктор технічних наук,

старший науковий співробітник



Андрій БОРИСЕНКО

Підпис д. т. н., с. н. с. Андрія Борисенка ЗАСВІДЧУЮ:

Вчений секретар Інституту чорної металургії

НАН України ім. З.І. Некрасова

доктор технічних наук,

старший дослідник



Ганна КОНОНЕНКО