

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 217.035.01 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ЧЕРНОЙ
МЕТАЛЛУРГИИ ИМЕНИ И.П. БАРДИНА», МИНИСТЕРСТВО
ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 28 сентября 2016 г. № 6.2

О присуждении **Холодному Алексею Андреевичу**, гражданину Украины, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Повышение сопротивления водородному растрескиванию листов из трубных сталей на основе управления структурообразованием в центральной сегрегационной зоне при термомеханической обработке» по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» **принята к защите 1 июля 2016 года**, протокол заседания № 6.1, диссертационным советом Д 217.035.01 на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», Министерство промышленности и торговли Российской Федерации, по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио д. 23/9, стр. 2, в соответствии с приказом № 105/нк от 11.04.2012 г. и частичным изменением № 194/нк от 22.04.2013 г.

Соискатель, Холодный Алексей Андреевич, 1990 года рождения, в 2012 году окончил Государственное высшее учебное заведение «Приазовский государственный технический университет» (г. Мариуполь, Украина), а в 2016 году заочную аспирантуру при ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина».

Работает научным сотрудником сектора сталей для газонефтепроводных труб большого диаметра Центра сталей для труб и сварных конструкций Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»,

Министерство промышленности и торговли Российской Федерации.

В 2016 году **окончил заочную аспирантуру** при ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина».

Диссертация выполнена в секторе сталей для газонефтепроводных труб большого диаметра Центра сталей для труб и сварных конструкций ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Министерство промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор **Матросов Юрий Иванович**, ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Центр сталей для труб и сварных конструкций, сектор сталей для газонефтепроводных труб большого диаметра, главный научный сотрудник.

Официальные оппоненты:

Одесский Павел Дмитриевич, доктор технических наук, профессор, «Центральный научно-исследовательский институт строительных конструкций имени В.А. Кучеренко» ОАО «НИЦ «Строительство», Лаборатория металлических конструкций, сектор металловедения и сварки, заведующий сектором.

Багмет Олег Александрович, кандидат технических наук, АО «Выксунский металлургический завод», Инженерно-технологический центр, Центр исследовательских лабораторий, Лаборатория металловедения, заведующий лабораторией

дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э. Баумана), г. Москва, в своем положительном заключении, подписанном Герасимовым С.А., доктором технических наук, профессором, заместителем заведующего кафедрой «Материаловедение» **указала, что** совокупность полученных результатов и выводов представляют значительный интерес для разделов металловедения и термической обработки металлов и сплавов, связанных с получением

высокопрочных низколегированных трубных сталей, в частности, повышенной стойкости против водородного растрескивания.

Соискатель имеет 6 опубликованных работ по теме диссертации, в том числе 5 в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ.

Научные публикации посвящены изучению особенностей структурно-фазовых превращений низкоуглеродистых трубных сталей различных вариантов легирования при термомеханической обработке; выявлению закономерностей влияния химического состава и режимов деформационно-термической обработки на микроструктуру основного металла и осевой зоны, механические свойства и стойкость против водородного растрескивания листов; разработке химического состава и технологических режимов последеформационного охлаждения листового проката, обеспечивающие низкую степень центральной сегрегационной структурной неоднородности и высокую стойкость против растрескивания НИС.

Результаты исследований, представленные в опубликованных работах, представляют интерес для разработки трубных сталей и технологии изготовления листового проката, т.к. позволяют эффективно воздействовать на конечную микроструктуру основного металла и осевой зоны с целью повышения механических свойств и стойкости против водородного растрескивания листов.

Наиболее **значимые** научные работы по теме диссертации:

1. Матросов Ю.И., Холодный А.А., Попов Е.С., Сосин С.В., Коновалов Г.Н. Влияние режимов деформационно-термической обработки трубной стали на формирование микроструктуры и сопротивление водородному растрескиванию (НИС) // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2014. № 1. С. 98-104.

2. Матросов Ю.И., Холодный А.А., Матросов М.Ю., Попов Е.С., Коновалов Г.Н., Сосин С.В. Влияние параметров ускоренного охлаждения на микроструктуру и сопротивление водородному растрескиванию (НИС) низколегированных трубных сталей // Металлург. 2015. № 1. С. 68-75.

3. Холодный А.А., Матросов Ю.И., Матросов М.Ю., Сосин С.В. Влияние углерода и марганца на стойкость низкоуглеродистых трубных сталей к водородному растрескиванию // Металлург. 2016. № 1. С. 54-58.

На диссертацию и автореферат поступило **14 положительных отзывов**, из них 11 содержат замечания. Во всех отзывах отмечено, что диссертационная работа **посвящена актуальной теме** разработки технологии изготовления толстолиствого проката для труб большого диаметра с высокой стойкостью против водородного растрескивания в сероводородсодержащих средах.

Научные результаты: **установлено**, что местами зарождения и распространения водородных трещин в толстолистовом прокате из низкоуглеродистых высокочистых по вредным примесям и неметаллическим включениям трубных сталей являются сегрегационные полосы в осевой зоне листов, состоящие из участков высокоуглеродистых структур (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ», АО «ОМК», ООО «ТИТ», ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», ООО «Газпром ВНИИГАЗ», ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»); **показано**, что снижение структурной неоднородности по толщине листа и уменьшение твердости осевой зоны способствуют повышению стойкости листов против НС (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ», АО «ОМК», АО «Уральская Сталь», ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ»); **предложен** металловедческий подход к созданию трубных сталей, стойких против водородного растрескивания, основанный на управлении формированием микроструктуры центральной сегрегационной зоны путем оптимизации химического состава и режимов ускоренного охлаждения (АО «Уральская Сталь», ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГБОУ, ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»); **определены** концентрации углерода и марганца и режимы последеформационного охлаждения, обеспечивающие низкую степень центральной сегрегационной структурной неоднородности и повышенную стойкость против растрескивания НС листов (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ», ООО «ТИТ», ФГБОУ ВО «ТГУ», ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», ООО «Газпром ВНИИГАЗ», ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», ФГБОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина»); **установлено** положительное влияние малых добавок молибдена на стойкость листового проката против водородного растрескивания, что позволило одновременно повысить уровень прочностных характеристик листов (ЧАО «МК «Азовсталь», ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»).

Практическая значимость: возможность применения на производстве выявленных закономерностей влияния химического состава и режимов термомеханической обработки на микроструктуру и стойкость листового проката из трубных сталей против водородного растрескивания (АО «Уральская Сталь», ООО «ТИТ»); **разработаны** химические составы и режимы контролируемой прокатки с ускоренным охлаждением для изготовления сероводородостойких листов категорий прочности Х52-Х65 (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ», АО «ОМК», ООО «ТИТ», ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», ЧАО «МК «Азовсталь», ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)», ФГАОУ ВО «НИТУ «МИСиС», ФГБОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина»); **эффективность разработанной технологии подтверждена** результатами опробования изготовления в условиях стана 3600 МК «Азовсталь» листового проката толщиной 20,0-23,8 мм для труб большого диаметра категорий прочности Х52MS, Х56MS, Х60MS, Х65MS повышенной стойкости против растрескивания в сероводородсодержащих средах (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ», АО «ОМК», АО «Уральская Сталь», ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», ООО «Газпром ВНИИГАЗ», ЧАО «МК «Азовсталь», ЧАО «МК «Азовсталь», ФГАОУ ВО «НИТУ «МИСиС», ФГБОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина»).

Замечания: требует пояснения механизм влияния добавок молибдена на микроструктуру и стойкость к водородному растрескиванию листов (АО «ОМК», ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»). Не ясно, почему в более легированной стали температура начала бейнитного превращения существенно выше, чем в менее легированной (АО «ОМК»). Не понятно, какой из проанализированных факторов в большей степени снижает формирование сегрегационной структурной неоднородности в осевой зоне листов и влияет на их стойкость против водородного растрескивания (АО «Уральская Сталь»). Не приведены данные об оценке центральной сегрегации осевой зоны опытных слябов (АО «Уральская Сталь», ООО «ТИТ»). Было бы целесообразно часть исследований с использованием принципиально разных режимов ТМО провести в лабораторных условиях, а затем уже в промышленных условиях расширить зависимости;

следовало бы обосновать выбор пределов легирования сталей, в особенности по содержанию углерода и марганца (ООО «ТИТ»). Не представлены данные о результатах испытаний механических свойств и стойкости против водородного растрескивания труб, изготовленных из исследованных листов (ФГБОУ ВО «МАМИ»). Отсутствует исследование по влиянию термомеханической обработки на микроструктуру и стойкость листов против сероводородного растрескивания под напряжением (СКРН, SSC) (ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГБОУ ВО «ТГУ», ФГБОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина»). Следовало бы расшифровать и пояснить, что характеризует показатель CLR; не ясно, почему в обозначении относительного удлинения (δ_2) стоит индекс 2 (ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ»). Не приведены данные о фактическом химическом составе центральной сегрегационной зоны толстолистового проката; отсутствуют сведения по влиянию температурно-диффузионной обработки на стойкость листов к водородному растрескиванию (ООО «Газпром ВНИИГАЗ»). Не установлен допускаемый диапазон введения молибдена и не указано, является ли приведенное значение нижним его пределом или верхним; требуют уточнения данные по структурным составляющим листов из стали X65 промышленного изготовления с учётом установленного влияния легирования на долю бейнита в микроструктуре; не приведены особенности оценки макроструктуры темплетов по методике фирмы Маннесманн, что не позволяет сравнить ее с используемой на российских заводах (ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»). При оценке дисперсности микроструктур следовало бы внести количественные меры; в ряде случаев необходимы статистические оценки полученных результатов (ФГАОУ ВО «НИТУ «МИСиС»).

Заключение по отзывам:

1. Раскрыты металловедческие особенности водородного охрупчивания низколегированных толстолистовых трубных сталей категорий прочности X52-X65. Проведенные в условиях промышленного производства опыты по изучению влияния химического состава и режимов термомеханической обработки позволили установить ряд значимых закономерностей и выявить оптимальные условия обработки, обеспечивающие получение свойств листового проката,

отвечающих требованиям по микроструктуре, механическим свойствам и показателям стойкости к водородному разрушению (ЧАО «МК «Азовсталь», ФГБОУ ВО «НГТУ им. Р.Е. Алексеева», ФГБОУ ВО «ВолгГТУ»).

2. Успешно решены научные и прикладные задачи. Результаты имеют важное значение для теоретического и прикладного металловедения, поскольку позволяют перейти к научно-обоснованным подходам при разработке новых технологий изготовления сталей для трубопроводов, эксплуатируемых в сложных условиях (ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»).

3. Достоинством работы является комплексный и методически верный подход к решению поставленных задач (ФГБОУ ВО «НГТУ им. Р.Е. Алексеева»); значительный объем результатов металлографических исследований, в том числе с применением специальных методов травления (LePera) (ООО «ТИТ», ФГБОУ ВО «ТГУ», ООО «Газпром ВНИИГАЗ»); изучение кинетики фазовых превращений (ФГБОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина»); сочетание тонких лабораторных исследований и масштабных исследований в промышленных условиях на толстолистовом прокатном стане (ФГБОУ ВО «МАМИ», ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»); большой объем испытаний стали в лабораторных средах, содержащих сероводород (ООО «Газпром ВНИИГАЗ»).

4. Достоверность полученных результатов обеспечена использованием современных методов изучения микроструктуры, механических и коррозионных свойств исследуемых сталей на сертифицированном аттестованном оборудовании (ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)»), а также положительным опытом выпуска промышленных партий листов на МК «Азовсталь» (ФГБОУ ВО «ВолгГТУ»).

5. Основные положения и результаты работы достаточно полно освещены в публикациях и обсуждены на профильных конференциях (ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)», ООО «ТИТ», ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»). Автореферат хорошо оформлен, написан грамотным техническим языком, основные положения исследований подкреплены иллюстративным материалом (ООО «ТИТ»).

6. Во всех отзывах отмечается, что диссертационная работа соответствует паспорту специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка

металлов и сплавов» и критериям, предъявляемым ВАК, а ее автор заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается:

Одесский Павел Дмитриевич – ведущий специалист в области конструкционных материалов, изучения фазовых и структурных превращений, физико-механических свойств и механики разрушения сталей для строительных сварных конструкций, «Центральный научно-исследовательский институт строительных конструкций имени В.А. Кучеренко» ОАО «НИЦ «Строительство».

Багмет Олег Александрович – ведущий специалист в области разработки технологии для изготовления листового проката, сварных и бесшовных труб из низколегированных сталей, изучения металлургических и технологических аспектов создания трубных сталей, АО «Выксунский металлургический завод».

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э. Баумана), кафедра «Материаловедение», г. Москва – лидирует в Российской Федерации в области разработки новых высокопрочных материалов, экономно-легированных, конструкционных, инструментальных и других сталей и сплавов с заданным комплексом механических, физических и физико-химических свойств.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Изложены металлургические представления о влиянии различных вариантов микроструктурного состояния основного металла и осевой зоны толстолистового проката из низколегированных трубных сталей на стойкость против водородного растрескивания в сероводородсодержащей среде.

Разработаны и обоснованы научные положения повышения стойкости трубных сталей против водородного растрескивания, заключающиеся в снижении

степени центральной сегрегационной микроструктурной неоднородности и микротвердости в осевой зоне листового проката.

Предложен оригинальный подход, позволяющий эффективно воздействовать на микроструктуру центральной сегрегационной зоны листов на основе оптимизации химического состава по массовой доле углерода, марганца и молибдена и температурно-скоростных режимов последеформационного охлаждения с целью повышения стойкости листового проката против водородного растрескивания.

Доказана перспективность использования разработанных научных положений и выявленных закономерностей при разработке технологии изготовления листов для высокопрочных труб большого диаметра, стойких против растрескивания в сероводородсодержащих средах на примере освоения производства листов толщиной 20,0-23,8 мм из сталей категорий прочности X52MS, X56MS, X60MS и X65MS в условиях толстолистого стана 3600.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

Экспериментально доказано, что зарождение и распространение водородных трещин в толстолистовом прокате из низкоуглеродистых высокочистых по вредным примесям ($S \leq 0,001\%$, $P \leq 0,012\%$) и неметаллическим включениям трубных сталей категорий прочности до X65 происходит в осевой зоне листов по сегрегационным полосам, состоящим из участков пластинчатого или вырожденного перлита, высокоуглеродистого бейнита, двойникового высокоуглеродистого мартенсита с остаточным аустенитом и низкоуглеродистого реечного мартенсита с включениями аустенита по границам реек.

Раскрыты закономерности эволюции микроструктуры и свойств центральной сегрегационной зоны листов в зависимости от химического состава ($C = 0,04-0,08\%$, $Mn = 0,65-1,35\%$, $Mo = 0,01-0,15\%$), схем деформационно-термической обработки и параметров последеформационного охлаждения (температуры начала ускоренного охлаждения ($T_{но}$) = $A_{r3} + (-40 \div 30)^\circ C$, температуры окончания ускоренного охлаждения ($T_{ко}$) = $410-610^\circ C$, скорости охлаждения ($V_{охл}$) = $2-30^\circ C/c$).

Установлено положительное влияние снижения сегрегационной микроструктурной неоднородности и уменьшения твердости осевой зоны на повышение стойкости листов против водородного растрескивания; показано, что в листах, обработанных с применением ускоренного охлаждения ($T_{\text{но}} = A_{\text{r3}} + (0-30)^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{ко}} = 490-550^{\circ}\text{C}$, $V_{\text{охл}} = 22-30^{\circ}\text{C}/\text{с}$) после контролируемой прокатки при микротвердости центральной сегрегационной зоны $< 225\text{HV}_{0,2}$ водородное растрескивание не происходит.

Проведено уточнение содержания углерода и марганца и режимов последеформационного ускоренного охлаждения, обеспечивающие формирование низкой степени центральной сегрегационной структурной неоднородности и высокой стойкости против водородного растрескивания листов из трубных сталей: $\text{C} = 0,04\%$ при $\text{Mn} \leq 1,25\%$ или $\text{C} = 0,06\%$ при $\text{Mn} \leq 0,90\%$, $T_{\text{но}} = A_{\text{r3}} + (0-30)^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{ко}} = 520 \pm 30^{\circ}\text{C}$, $V_{\text{охл}} = 25 \pm 5^{\circ}\text{C}/\text{с}$.

Доказано, что легирование молибденом в количестве $0,15\%$ при одновременном понижении температуры окончания ускоренного охлаждения листов от 560 до 420°C приводит к увеличению прочностных свойств ($\sigma_{0,5}$ на $50 \text{ Н}/\text{мм}^2$ и $\sigma_{\text{в}}$ на $75 \text{ Н}/\text{мм}^2$) и повышению стойкости против водородного растрескивания (показатель длины трещины понижается от $\approx 17\%$ до $\approx 1\%$).

Применительно к проблематике диссертации эффективно использованы методы имитации термомеханической обработки на деформационном dilatометре, оптической микроскопии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, испытания по определению механических свойств и стойкости против водородного растрескивания сталей.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

Представлен комплекс практических рекомендаций по оптимизации химического состава (C , Mn , Mo), режимов контролируемой прокатки (температуры конца прокатки ($T_{\text{кп}}$)) и ускоренного охлаждения ($T_{\text{но}}$, $T_{\text{ко}}$, $V_{\text{охл}}$), позволяющий повысить стойкость против водородного растрескивания с

одновременным увеличением прочностных свойств листов из трубных сталей за счет совершенствования микроструктуры основного металла и осевой зоны.

Разработаны и внедрены в крупномасштабное промышленное производство новые низколегированные стали и технологии изготовления толстолиствого проката для труб большого диаметра категорий прочности X52MS-X65MS в сероводородостойком исполнении. Обеспечение требуемых свойств листов подтверждает адекватность разработанных рекомендаций.

Оценка достоверности результатов исследования выявила: экспериментальные материалы для исследований получены путем прямого физического моделирования термомеханической обработки в лабораторных условиях на дилатометре и в промышленных условиях на толстолистовом прокатном стане; исследования проведены с применением современных методов изучения микроструктуры, испытаний механических свойств и коррозионной стойкости стали на сертифицированном аттестованном оборудовании; для сбора и обработки полученных экспериментальных данных использованы современные статистические методы; полученные данные и разработки имеют высокую воспроизводимость в промышленных условиях; предлагаемые научные выводы и заключения базируются на анализе и обобщении мирового опыта в области низколегированных трубных сталей, стойких против растрескивания в сероводородсодержащих средах, и согласуются с опубликованными данными.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и задач исследований; выработке направлений и методов решения научно-практических проблем; разработке программы исследований; непосредственном участии в получении экспериментальных данных; обработке, анализе и интерпретации полученных результатов; формулировке выводов и заключений по работе; внедрении в производство разработанных составов сталей и технологий; апробации материалов исследования и подготовке их к публикации.

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования, полученным результатам и научной новизне соответствует пункту 3 «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа,

количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов» паспорта специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Диссертация является законченным исследованием, в котором решена научная задача – одновременное повышение стойкости против водородного растрескивания и прочностных свойств листового проката из низколегированных трубных сталей за счет совершенствования микроструктуры центральной сегрегационной зоны и основного металла путем оптимизации химического состава и режимов контролируемой прокатки с ускоренным охлаждением.

Диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, соответствует п. 9 «Положению о порядке присуждения ученых степеней», Постановления Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г.

На заседании 28.09.2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Холодному Алексею Андреевичу ученую степень кандидата технических наук (протокол № 6.2).

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 8 докторов наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» и 9 докторов наук по специальности 01.04.07 - «Физика конденсированного состояния», участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» - 16, «против» - 1, недействительных бюллетеней - 0.

Заместитель председателя
диссертационного совета,
д.т.н., профессор

Г.А. Филиппов

Ученый секретарь
диссертационного совета,
д.т.н., с.н.с.

Н.М. Александрова

Дата оформления Заключения: 5 октября 2016 г.