

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.132.02
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС» ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 25.02.2016 г. № 119

О присуждении Лысенковой Елене Валерьевне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Повышение точности расчетов растворимости азота и нитридов титана в расплавах на основе железа. Применение к сталям, легированным азотом и титаном» по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» принята к защите 15.12.2015 г., протокол № 115 диссертационным советом Д 212.132.02 на базе Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (адрес 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, Приказ Минобрнауки № 717/нк от 09.11.2012 г.)

Соискатель Лысенкова Елена Валерьевна 1981 года рождения.

В 2005 году соискатель окончила Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по специальности «Металлургия черных металлов».

В 2015 году соискатель освоила программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

С 2006 года работает ассистентом на кафедре «Металлургия стали и ферросплавов» Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Диссертация выполнена на кафедре «Металлургия стали и ферросплавов» Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Стомахин Александр Яковлевич, профессор кафедры «Металлургия стали и ферросплавов» Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Официальные оппоненты:

Еланский Геннадий Николаевич – доктор технических наук, профессор, Заслуженный деятель науки Российской Федерации, пенсионер;

Костина Мария Владимировна – доктор технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник лаборатории конструкционных сталей и сплавов Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова» Российской академии наук, г. Москва

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина» (г. Москва) в своем положительном заключении, подписанном директором Института металловедения и физики металлов, доктором физико-математических наук, профессором Александром Марковичем Глезером, секретарем научно-технического совета, кандидатом физико-математических наук Варварой Петровной Филипповой и утвержденном и.о. генерального директора Владимиром Александровичем

Угловым указала, что в диссертационной работе Лысенковой Е.В. на основании выполненных автором теоретических и экспериментальных исследований разработаны технические и технологические решения, которые вносят значимый вклад в совершенствование процессов производства стали, связанный с нитридным упрочнением и с улучшенными механическими и технологическими свойствами за счет регламентированного содержания азота. Диссертационная работа удовлетворяет требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов», а ее автор, Лысенкова Е.В., заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук.

Соискатель имеет 5 опубликованных работ, в том числе 5 работ по теме диссертации, из них опубликованы в рецензируемых научных изданиях перечня ВАК РФ 4 работы. Работы по теме диссертации, опубликованные в рецензируемых научных изданиях ВАК:

1. Стомахин А.Я., Лысенкова Е.В., Кан М.Ю. и др. Оптимизация присадок в сталь нитридообразующих элементов // Черные металлы. – 2010. – № 2. – с. 15-19.
2. Стомахин А.Я., Лысенкова Е.В. Коэффициент активности титана в расплавах на основе железа в условиях образования/растворения нитридов // Металлы. – № 6. – 2013. – с. 30-35.
3. Стомахин А.Я., Лысенкова Е.В. Образование нитридов титана в стальных расплавах – термодинамические расчеты на основе уточненных справочных данных // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2015. – т.58 – № 6. – с. 439-443.
4. Лысенкова Е.В., Кадач М.В., Буцкий Е.В. и др. Нитридные включения в титансодержащей высокоазотистой стали твердофазного азотирования // Металлы. – № 5. – 2015. – с. 20-24.

В работах изложено описание созданных баз данных о растворимостях азота и нитрида титана в расплавах на основе железа, результаты их анализа и взаимного согласования, получение на их основе взаимосогласованных параметров взаимодействия. Описаны пути совершенствования технологической схемы получения стали, легированной азотом и титаном, а также проведенные эксперименты и их анализ.

На диссертацию и автореферат поступило 8 отзывов. Все отзывы положительные и содержат следующие замечания:

1. Отзыв профессора кафедры «Металлургические и литейные технологии» ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого», д.т.н., профессора Э.Ю. Колпишона, содержит следующие замечания:

1.1. На наш взгляд, в автореферате излишне подробно и с неточностями и повторениями (обработка данных в программе Statistica) изложена методика термодинамического расчета. При первом упоминании о параметрах взаимодействия в уравнении (3) они названы подбираемыми параметрами, а в аналогичном уравнении (7) подбираемыми коэффициентами для расчета параметров взаимодействия. На самом деле все это коэффициенты температурной зависимости параметров взаимодействия. Демонстрация в автореферате тривиальных интерфейсных решений программы в интернете тоже не добавляет значимости работе.

1.2. Несомненной практической ценностью работы являются адекватные результаты равновесия с участием азота по оптимизированным термодинамическим константам. Такие расчеты являются «ахиллесовой пятой» практически всех всемирно известных коммерческих пакетов программ термодинамических расчетов. Однако практическая ценность расчетов в примере, описанном в автореферате, невысокая. Ведь и без расчетов, понятно, что азота в исходном металле, должно быть минимально возможное содержание, чтобы исключить образование нитридов в жидком и затвердевающем металле. Тут больше вопросов по кинетике вакуумного

деазотирования, а мелкодисперсные нитриды образуются при внутреннем азотировании, при котором «работает» другая кинетика и термодинамика.

2. Отзыв Заслуженного деятеля науки РФ, профессора кафедры «Физическая химия» ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», д.х.н., профессора И.А. Томилина содержит следующие замечания:

2.1. Параметры взаимодействия представлены для разложения коэффициента активности в ряд Тейлора по концентрациям легирующих элементов, выраженных в масс.%. Такой способ удобен для практики, но необходимо указывать пределы концентраций, до которых возможно применение приведенных значений параметров взаимодействия. При увеличении концентрации легирующего элемента возрастает отклонение от пропорциональности между выражением его концентрации в масс. и ат.%, что особенно проявляется для легирующих элементов с заметно отличной атомной массой от атомной массы железа – Mo, Nb, W и.т.п. В результате, вычисляемые параметры взаимодействия второго порядка начинают отражать не изменение взаимодействия, а нарушение указанной пропорциональности. Это обстоятельство может привести к погрешностям вычисления по принципу аддитивности растворимости азота в расплавах с несколькими легирующими элементами.

2.2. На рис. 2.б. автореферата отчетливо видно систематическое отклонение в сторону более низких значений расчетных концентраций азота от экспериментальных, возрастающее с повышением концентрации азота. Такое же отклонение отмечалось в работах, посвященных растворимости азота в аустените. В этих работах было показано, что это отклонение обусловлено влиянием концентрации самого азота на его активность. По-видимому, такое же явление наблюдается и в расплавах. Введение параметра взаимодействия e_N^N позволило бы учесть указанное отклонение и улучшило бы сходимость расчетных и экспериментальных данных.

3. Отзыв заведующего лабораторией № 3 физикохимии и технологии

переработки железорудного сырья ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова» РАН, к.т.н. В.Г. Дюбанова содержит следующее замечание:

3.1. В реферате постоянно используется термин «растворимость нитрида титана», хотя хорошо известно, что нитриды не растворяются в металле, а могут распадаться и затем в металле могут растворяться отдельно азот и титан.

4. Отзыв заместителя Генерального директора – Главного инженера ПАО «Трубная металлургическая компания», к.т.н. А.А. Ключкова содержит следующие замечания:

4.1. Для рассмотренной в работе стали типа X18H12T задача повышения прочности не является актуальной. В связи с этим не совсем понятен выбор именно этой марки стали

4.2. В работе не исследовано изменение механических и коррозионностойких свойств стали после легирования азотом.

5. Отзыв профессора АО «Металлургический завод «Электросталь», д.т.н. С.Н. Падерина, содержит следующее замечание:

5.1. В автореферате на с. 10 в уравнении (5) и константе равновесия (6) для азота и титана приняты разные стандартные состояния, разные способы выражения концентраций и коэффициентов активности компонентов в одном и том же растворе. Этот подход исключает использование уравнений классической теории растворов энергии Гиббса раствора, относительных и избыточных химических потенциалов компонентов уравнении Гиббса-Дюгема.

6. Отзыв Генерального директора ООО «Металлургическая лаборатория», к.т.н. А.А. Алексеенко содержит следующее замечание:

6.1. В представленной работе было бы также полезно выполнить экспериментальную проверку полученных автором взаимосогласованных параметров для расчета растворимости азота в стали – учитывая актуальность задач получения высокоазотистых сталей с плотным слитком.

7. Отзыв ведущего научного сотрудника АО «НПО «ЦНИИТМАШ» к.т.н. Л.Г. Ригиной и научного руководителя Института металлургии и

машиностроения, д.т.н., профессора В.С. Дуба содержит следующие замечания:

7.1. Стоит обратить внимание на то, что данные расчетов по сталям X18H12T и X20H20T представлены не корректно: так как содержание титана в обеих сталях, согласно табл. 4, может достигать 0,9%, а расчеты, представленные графически на рис. 7, выполнены до 0,5%

7.2. Представленные расчеты показывают, что нитриды титана в многокомпонентной системе на основе железа, образуются уже в жидкой фазе при содержании азота меньше 0,01% и титана на уровне 0,1%. В процессе затвердевания и дальнейшего охлаждения эти нитриды будут только укрупняться, образуя в твердом металле крупные включения или их колонии. В автореферате не предоставлены данные, которые бы показали бы возможность какого-либо термодинамического воздействия на стабилизацию этих нитридов. И можно ли получить сталь с высоким содержанием азота и титана без крупных нитридов и их скоплений, не прибегая к способу высокотемпературного твердофазного азотирования.

7.3. В работе отмечено, что в процессе высокотемпературной выдержки стали в атмосфере азота, наблюдали рост включений от 0,1-0,3 мкм до 0,3-0,5 мкм, но не показано, что же при этом происходит с зерном аустенитной стали.

Отзыв, который пришел позднее указанного срока (15 февраля 2016 г.). Отзыв положительный и содержит следующие замечания:

8. Отзыв профессора, доктора технических наук Н.А. Смирнова содержит следующие замечания:

8.1. В качестве замечания следует отметить отсутствие в автореферате фамилий ученых, внесших наибольший вклад в изучение проблемы растворимости азота в расплавах на основе железа.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их известными научными работами в области технологии выплавки и внепечной обработки стали, а также в исследовании, разработке и

внедрении новых легированных, в том числе азотом, высокопрочных сталей различных структурных классов со специальными свойствами.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Созданы 2 новые базы экспериментальных данных:

- 1) о растворимости азота в расплавах на основе железа
- 2) о растворимости нитрида титана в расплавах на основе железа;

Предложены новые взаимосогласованные параметры взаимодействия первого и второго порядка для расчета растворимостей азота и нитрида титана в расплавах на основе железа. **Показана** возможность значительного повышения точности расчетов растворимости азота и нитрида титана в расплавах на основе железа за счет уточнения параметров взаимодействия. Среднеквадратичное отклонение расчетов составляет $\pm 15\%$ и $\pm 19\%$, соответственно, что значительно меньше, чем при расчете по литературным справочным данным ($\pm 35,5\%$ и $\pm 116\%$, соответственно).

Разработана усовершенствованная технологическая схема получения стали, легированной азотом и титаном. В ходе эксперимента получена сталь, содержащая 0,4% азота при 0,31% титана, свободная от грубых нитридных включений и их скоплений.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

Уточнены параметры взаимодействия первого и второго порядка для азота и титана, а также величина коэффициента активности титана в чистом железе.

Для упрощения термодинамических расчетов **создана** программа расчета растворимостей нитридов TiN, VN, AlN, ZrN, которая размещена на зарегистрированном сайте www.nitridy.ru.

Показано, что применение новых параметров для азота в расчетах растворимости азота в расплавах на основе железа позволяет значительно повысить точность расчетов.

Применительно к проблематике диссертации результативно использованы современная программа Statistica, предназначенная для статистических расчетов.

На основе предложенного в работе уточнения расчетов условий образования нитридов титана в расплавах сталей была **усовершенствована** технологическая схема получения высокоазотистой титансодержащей стали типа X18H12T с использованием известного процесса твердофазного азотирования, который опробован в заводских условиях, но только не для сталей, легированных титаном. Сталь свободна от крупных нитридов и их скоплений, которые неизбежно образуются при вводе азота в расплав стали.

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

В открытом доступе в сети Интернет **опубликованы** базы экспериментальных данных о растворимостях азота в расплавах железа с 15-ю основными компонентами стали (2920 измерений из 53 источников) и нитрида титана (333 значения из 17 источников) в железе с 7-ю основными компонентами стали – заявки № 2015621234 и № 2015621235 от 08.10.2015 г.

Разработана и опубликована в открытом доступе в сети Интернет программа расчета растворимостей нитридов TiN, VN, AlN, ZrN – свидетельство Федеральной службы по интеллектуальной собственности (РОСПАТЕНТ) №201566276.

Опробована технологическая схема получения стали, легированной одновременно азотом и титаном, с применением предварительного расчета растворимости нитрида титана.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

при проведении исследования, использованные термодинамические характеристики были тщательно проверены путем сопоставления с экспериментальными данными. Среднеквадратичное отклонение результатов расчета от экспериментов снизилось до $\pm 15\%$, при расчете по литературным справочным данным отклонение более чем в 2 раза выше – $\pm 35,5\%$.

Применение новых параметров взаимодействия для азота и титана в расчетах растворимости нитрида титана в расплавах также позволило значительно снизить среднеквадратичное отклонение результатов расчета от экспериментов – до $\pm 19\%$, против $\pm 116\%$ при расчете по литературным справочным данным. Таким образом, новые результаты расчетов получили достаточные подтверждения на адекватность.

Для экспериментальных работ использовалось проверенное аналитическое оборудование и измерительные приборы, современные методы и методики исследования, в том числе с применением электронной микроскопии.

Теоретическая часть построена на основе предложенного Вагнером и усовершенствованного Люписом и Эллиотом разложения соответствующих избыточных функций (ΔG_i , ΔH_i , ΔS_i) в ряд Тейлора.

Идея работы состоит в анализе и обобщении существующих в свободном доступе экспериментальных данных о растворимостях азота и нитрида титана в расплавах на основе железа.

Использованы методики статистической обработки исходной информации, отвечающие современным требованиям. Для проведения множественного регрессионного анализа использовались компьютерные программы Microsoft Excel и Statistica.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном участии во всех этапах процесса подготовки диссертационной работы, в том числе в поиске научной литературы по тематике исследований, в сборе, обработке и анализе экспериментальных данных, разработке алгоритмов статистической обработки экспериментальных данных, создании расчетных программ, методики эксперимента, выполнении необходимого объема расчетов и исследований. Автору принадлежит основной вклад в написании большинства публикаций и выступлений, отражающих суть выполненной работы.

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным п. 9 Положения о порядке присуждения ученых

степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, в которой содержится решение задачи, имеющей существенное значение для металлургической промышленности, а именно, за счет уточнения параметров взаимодействия и повышения точности расчетов растворимости азота и нитрида титана, получена возможность разработки новых высокоэффективных марок стали и улучшения технико-экономических показателей их производства. На основании чего диссертационный совет принял решение присудить Лысенковой Елене Валерьевне ученую степень кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 8 докторов по специальности рассматриваемой диссертации 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов», участвовавших в заседании, из 25 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 18, против 0, недействительных бюллетеней нет.

Заместитель председателя диссертационного совета

Д 212.132.02, проф., д.т.н.

Ученый секретарь диссертационного

совета Д 212.132.02, доц., к.т.н.

Семин Александр Евгеньевич

Колтыгин Андрей Вадимович

25.02.2016 г.

