

ОТЗЫВ

официального оппонента кандидата технических наук
Ердакова Ивана Николаевича
на диссертацию Усольцева Евгения Алексеевича,
**«Разработка технологии получения износостойких изделий
из литых твердых сплавов на основе кобальта»**,
представленную на соискание ученой степени
кандидата технических наук
по специальности 05.16.04 – «Литейное производство»

Представленная работа состоит из введения, четырёх глав, общих выводов, списка литературы из девяноста одного наименования, трёх приложений, содержит сто пятнадцать страниц текста, шестьдесят один рисунок и двадцать одну таблицу.

Автореферат отражает содержание работы. Ее результаты освещены в шести публикациях, в том числе в трёх изданиях из перечня ВАК и одной публикации в издании с международной базой цитирования Scopus, а также апробированы на международном съезде литейщиков и международной научно-практической конференции.

На основании материалов диссертации, автореферата и публикаций автора работы подготовлен следующий отзыв.

I. Актуальность темы диссертации

Нефтегазовая отрасль базируется на технологически оснащённом производственном комплексе. В условиях современных экономических реалий обеспечение высокого уровня конкуренции связано с постоянным совершенствованием оборудования.

Увеличение ресурсосберегающих показателей представляет собой один из критериев развития современных технических систем. В частности, для нефтяных штанговых глубинных насосов фактор улучшения качества применяемых материалов может быть реализован увеличением износостойких характеристик клапанных пар. По причине преобладания в России лёгкой и средней нефти сернистого класса наиболее подходящим материалом указанных пар является твёрдый металлический сплав на основе кобальта – стеллит.

Стеллиты – сплавы на основе кобальта и хрома с добавками вольфрама и молибдена обладают высокой стойкостью к износу и коррозии. Они пригодны к

лителью, наплавке и напылению. Состав сплава определяет требуемые физико-химические и механические свойства, которые зависят от однородности распределения карбидных фаз и микроструктуры.

Ведущим мировым лидером по производству деталей из стеллитов, компанией Deloro Stellite, разработан ряд порошковых и литейных сплавов для различных условий применения. Такие сплавы, как «Stellite 20» и «Stellite 21», используются за рубежом в оборудовании нефтегазовой промышленности для решения проблем коррозии и износа. Каждый сплав служит для достижения определенных целей и задач в соответствии с условиями эксплуатации.

Российский ГОСТ 21449-75 регламентирует только две марки сплавов: ВЗК и ВЗКр, которые предназначены для весьма широкого применения. А ГОСТ 31835-2012 на нефтяные скважинные насосы, определяет одним из материалов для клапанной пары «Стеллит» без указания конкретной марки и требуемых технологических свойств. Подобный универсальный подход не позволяет достичь оптимальных результатов для каждого конкретного случая применения.

На сегодняшний день производство клапанных пар для нефтяных штанговых глубинных насосов осуществляется спеканием порошка карбида вольфрама или *стеллитового порошка*. Металлургический процесс характеризуется высокой сложностью и затратностью получения заготовок, а спекание сыпучего материала приводит к формированию в изделиях остаточной микропористости. Последняя приводит к нарушению герметичности соединения шар-седло и снижает эффективность работы насоса.

С рассмотренных позиций тема диссертации представляется актуальной.

II. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Цель работы и решаемые задачи сформулированы обоснованно, так как соответствуют современному направлению развития машиностроения в нефтегазовой отрасли, учитывающего использование новых материалов и технологий их обработки.

Первый вывод обоснован, связан с целью и задачами диссертации и отражает исследование возможности применения для получения литых заготовок сплава Stellite 20, используемого в порошковой металлургии. Проведенный

микроструктурный и фазовый анализ литого Stellite 20 показал наличие крупнозернистой структуры и высокого содержания хрупкой интерметаллидной μ фазы, склонной к выкрашиванию (около 20%).

Второй вывод обоснован, соответствует поставленным задачам и отражает исследование влияния технологических параметров, в частности скорости охлаждения, на микроструктуру кобальтовых стеллитов. Установлено, что различные способы увеличения скорости охлаждения поверхностного слоя металла через поверхность литейной формы не оказывают заметного влияния на микроструктуру литого сплава Stellite 20 по причине высокого теплового сопротивления формы. Глубина измельченного слоя составила не более 0,1...0,15 мм, что значительно меньше припуска на механическую обработку.

Третий вывод обоснован, соответствует поставленным задачам и показывает, что изменение концентрации различных легирующих элементов (главным образом С, Cr и W) в пределах марки сплава Stellite 20 не позволяет получить необходимый фазовый состав с содержанием μ фазы в пределах 10...12%. После расширения диапазона легирования за рамки химического состава сплава Stellite 20 был определен состав опытного литейного сплава Mk1. В рамках сплава Mk1 были отдельно выделены сплавы Mk1s и Mk1b для отливок «Седло» и «Шар» соответственно. Анализ этих сплавов показал наличие значительно более мелкой структуры, по сравнению со сплавом Stellite 20(Л), а также твердость 50...55 и 55...58 ед. HRC соответственно для Mk1s и Mk1b, что удовлетворяет требованиям API 11AX.

Четвертый вывод обоснован, соответствует поставленным задачам отражает изучение влияния термовременной обработки на сплавы Stellite 20(Л) и сплав Mk1. При нагреве до температуры 1700°C и последующем охлаждении в обоих случаях наблюдался гистерезис вязкости. После выдержки в течение 30 минут при температуре 1700°C в обоих сплавах наблюдалось измельчение крупных карбидов M_7C_3 и более равномерное распределение мелких карбидов $M_{23}C_6$ в объеме металла. Показатели твердости сплавов Stellite 20(Л) и Mk1 до и после термовременной обработки не изменились и составили 51...53 и 55...58 ед. HRC соответственно.

Пятый вывод обоснован, соответствует поставленным задачам поскольку показывает, что при испытании на износ по закрепленному абразиву износостойкость кобальтовых стеллитов главным образом зависит от твердости структурных

составляющих сплава и занимаемой ими суммарной площади, но не зависит от их размера и формы. При износе по незакрепленному абразиву, напротив, размер и форма карбидов имеют большое влияние, поскольку от их распределения главным образом зависит степень неравномерности износа мягкой кобальтовой матрицы.

Шестой вывод обоснован, соответствует поставленным задачам поскольку показывает, что при газоабразивном изнашивании при малых углах атаки ($\alpha < 30^\circ$) исследуемые сплавы не обладают заметной разницей в степени износостойкости, т.к. механизм износа схож с износом по незакрепленному абразиву. По мере увеличения угла атаки абразива износ наиболее твердых сплавов, возрастает по причине изменения механизма изнашивания с микрорезания на удар, что приводит к выкрашиванию хрупких твердых фаз – крупных карбидов и интерметаллидов. Износ относительно пластичного сплава ВЗК с увеличением угла атаки значительно уменьшился, т.к. энергия ударного воздействия абразива расходуется главным образом на деформацию пластичной кобальтовой матрицы. Сплавы Mk1b и Mk1s показали сопоставимый друг с другом уровень износостойкости при различных углах атаки абразива. По сравнению с порошковым Stellite 20 оба опытных сплава показали меньшую степень износа при углах атаки $75 \dots 90^\circ$.

Седьмой вывод обоснован, соответствует поставленным задачам и определяет значения основных теплофизических характеристик сплава Mk1, необходимых для осуществления компьютерного моделирования процессов заливки и затвердевания. Получены значения плотности в диапазоне температур $20 \dots 1400^\circ\text{C}$, теплопроводности в диапазоне температур $840 \dots 1450^\circ\text{C}$, а также уравнения линейной температурной зависимости теплоемкости при температуре до 1150°C и в диапазоне $1150 \dots 1400^\circ\text{C}$.

Восьмой вывод обоснован, соответствует поставленным задачам и связан с разработкой технологии получения литых шаров и седел клапанных пар штанговых глубинных насосов методом литья по выплавляемым моделям, обеспечивающей получение качественных заготовок, удовлетворяющих всем предъявляемым к ним требованиям. Определены методы борьбы с усадочной пористостью и оксидными плёнами. Проведено моделирование процессов заливки и затвердевания отливок «Шар» и «Седло» по разработанной технологии, достоверность результатов моделирования подтверждена заливкой опытных партий отливок.

Девятый вывод обоснован, соответствует поставленным задачам поскольку показывает, что проведенные испытания герметичности литых клапанных пар показали их соответствие стандарту API 11 AX, все образцы обеспечили заданное значение вакуумного давления $0,65 \text{ кгс/см}^2$ в течение 10 секунд до и после проведения испытаний на износ на модельной жидкости.

III. Достоверность и новизна научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Первый вывод достоверен, обладает новизной и отражает новое исследование возможности применения для получения литых заготовок сплава Stellite 20, используемого в порошковой металлургии. Проведенный микроструктурный и фазовый анализ литого Stellite 20 показал наличие крупнозернистой структуры и высокого содержания хрупкой интерметаллидной μ фазы, склонной к выкрашиванию (около 20%).

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Второй вывод достоверен, обладает новизной и отражает новое исследование влияния технологических параметров, в частности скорости охлаждения, на микроструктуру кобальтовых стеллитов. Установлено, что различные способы увеличения скорости охлаждения поверхностного слоя металла через поверхность литейной формы не оказывают заметного влияния на микроструктуру литого сплава Stellite 20 по причине высокого теплового сопротивления формы. Глубина измельченного слоя составила не более $0,1...0,15 \text{ мм}$, что значительно меньше припуска на механическую обработку.

Достоверность подтверждается использованием современной сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с помощью микроскопа JSM-6490 LV и обработкой цифровых изображений при помощи программного обеспечения JMicroVision.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Третий вывод достоверен и отражают новые данные о том, что изменение концентрации различных легирующих элементов (главным образом С, Cr и W) в пределах марки сплава Stellite 20 не позволяет получить необходимый фазовый

состав с содержанием μ фазы в пределах 10...12%. После расширения диапазона легирования за рамки химического состава сплава Stellite 20 был определен состав опытного литейного сплава Mk1. В рамках сплава Mk1 были отдельно выделены сплавы Mk1s и Mk1b для отливок «Седло» и «Шар» соответственно. Анализ этих сплавов показал наличие значительно более мелкой структуры, по сравнению со сплавом Stellite 20(Л), а также твердость 50...55 и 55...58 ед. HRC соответственно для Mk1s и Mk1b, что удовлетворяет требованиям API 11AX.

Достоверность подтверждается использованием современного искрового спектрометра SPECTROMAXx, рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Bruker D8 Advance, микроскопа JSM-6490 LV и обработкой цифровых изображений при помощи программного обеспечения JMicroVision.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Четвертый вывод достоверен, обладает новизной и отражает новое исследование влияния термовременной обработки на сплавы Stellite 20(Л) и сплав Mk1. При нагреве до температуры 1700°C и последующем охлаждении в обоих случаях наблюдался гистерезис вязкости. После выдержки в течение 30 минут при температуре 1700°C в обоих сплавах наблюдалось измельчение крупных карбидов M_7C_3 и более равномерное распределение мелких карбидов $M_{23}C_6$ в объеме металла. Показатели твердости сплавов Stellite 20(Л) и Mk1 до и после термовременной обработки не изменились и составили 51...53 и 55...58 ед. HRC соответственно.

Достоверность подтверждается использованием современного рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Bruker D8 Advance, микроскопа JSM-6490 LV и обработкой цифровых изображений при помощи программного обеспечения JMicroVision, а также высокотемпературного вискозиметра для исследования кинематической вязкости жидких материалов.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Пятый вывод достоверен, обладает новизной и связан с новой закономерностью, показывающей, что при испытании на износ по закрепленному абразиву износостойкость кобальтовых стеллитов главным образом зависит от твердости структурных составляющих сплава и занимаемой ими суммарной площади,

но не зависит от их размера и формы. При износе по незакрепленному абразиву напротив размер и форма карбидов имеют большое влияние, поскольку от их распределения главным образом зависит степень неравномерности износа мягкой кобальтовой матрицы.

Достоверность подтверждается использованием современной установки типа Бриннеля-Хаурта и испытательной машины СМЦ-2.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Шестой вывод достоверен, обладает новизной и устанавливает новую закономерность, показывающую, что при газоабразивном изнашивании при малых углах атаки ($\alpha < 30^\circ$) исследуемые сплавы не обладают заметной разницей в степени износостойкости, т.к. механизм износа схож с износом по незакрепленному абразиву. По мере увеличения угла атаки абразива износ наиболее твердых сплавов, возрастает по причине изменения механизма изнашивания с микрорезания на удар, что приводит к выкрашиванию хрупких твердых фаз – крупных карбидов и интерметаллидов. Износ относительно пластичного сплава ВЗК с увеличением угла атаки значительно уменьшился, т.к. энергия ударного воздействия абразива расходуется главным образом на деформацию пластичной кобальтовой матрицы. Сплавы Mk1b и Mk1s показали сопоставимый друг с другом уровень износостойкости при различных углах атаки абразива. По сравнению с порошковым Stellite 20 оба опытных сплава показали меньшую степень износа при углах атаки $75 \dots 90^\circ$.

Достоверность подтверждается использованием современной установки типа Бриннеля-Хаурта и испытательной машины СМЦ-2.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Седьмой вывод достоверен, обладает новизной и определяет новые значения основных теплофизических характеристик сплава Mk1, необходимые для осуществления компьютерного моделирования процессов заливки и затвердевания.

Получены значения плотности в диапазоне температур $20 \dots 1400^\circ\text{C}$, теплопроводности в диапазоне температур $840 \dots 1450^\circ\text{C}$, а также уравнения линейной температурной зависимости теплоемкости при температуре до 1150°C и в диапазоне $1150 \dots 1400^\circ\text{C}$.

Достоверность подтверждается использованием стандартизированной методики гидростатического взвешивания, метода дроп-калориметрии, метода стационарного теплового потока, измерение жидкотекучести методом вакуумного всасывания.

Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Восьмой вывод достоверен, обладает новизной и связан с новой технологией получения литых шаров и седел клапанных пар штанговых глубинных насосов методом литья по выплавляемым моделям, обеспечивающей получение качественных заготовок, удовлетворяющих всем предъявляемым к ним требованиям.

Достоверность подтверждается использованием современной системы компьютерного моделирования LVMFlow и заливкой опытных партий отливок «Шар» и «Седло». Полученные данные не противоречат основным положениям материаловедения в области сплавов на основе кобальта.

Девятый вывод отражает завершенность работы через проведенные испытания герметичности литых клапанных пар, показавших их соответствие стандарту API 11 AX, все образцы обеспечили заданное значение вакуумного давления $0,65 \text{ кгс/см}^2$ в течение 10 секунд до и после проведения испытаний на износ на модельной жидкости.

IV. Замечания по автореферату и диссертации

1. В диссертационной работе и автореферате приводятся результаты измерения вязкости сплавов Stellite 20 и Mk1, но не указывается марка измерительного оборудования.

2. В диссертационной работе зафиксировано значительное измельчение структуры материала и увеличение твердости после лазерной термической обработки (ЛТО) поверхности образцов из сплава Mk1s. Но, к сожалению, глубина измельченного слоя не превышает припуска на механическую обработку заготовок. В будущем, говоря о перспективности ЛТО, автор допускает увеличение глубины измельчения исследуемого сплава, но не приводит идеи решения проблемы.

3. В диссертационной работе не проведено сравнение устойчивости технологий получения клапанных пар. По сравнению с процессом спекания порошковых материалов литейные системы более стохастические.

4. В разработанной технологии литья сёдел (V11-225) клапанных пар предусматривается канал-выпор. Но в диссертации на рис. 53 не отображено, а из её текста не понятно, в каком месте и что именно необходимо отламывать перед заливкой?

5. В рассмотренных материалах, в том числе в акте промышленного применения и акте внедрения, не указаны статьи, за счет которых достигнуты экономические эффекты в 616950 руб. и 12,5 млн. руб. А в акте испытаний клапанных пар отсутствует дата утверждения документа.

6. В работе имеются несущественные неточности и опечатки (см. автореферат на стр. 13 и диссертацию – рис.60, стр. 54).

V. Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения учёных степеней

Сделанные замечания не снижают теоретическую и практическую значимость диссертационной работы Усольцева Е.А., выполненной на актуальную тему.

Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований позволили автору научно обосновать решение важной задачи в области современного литейного производства задачи по разработке ресурсосберегающей технологии литья сплавов на основе кобальта к оборудованию нефтегазовой отрасли.

Литые клапанные пары, полученные по разработанной технологии, успешно прошли испытания на герметичность и показали соответствие стандарту API 11 AX, что имеет существенное значение для развития народного хозяйства страны и её обороноспособности.

Основные положения диссертации и автореферата обоснованы, достоверны, имеют научную новизну и по содержанию соответствуют паспорту специальности 05.16.04 – «Литейное производство».

Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, соответствует требованиям, установленным п. 9 Положения о присуждении учёных степеней в ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», а её автор, Усольцев Евгений Алексеевич, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.04 – «Литейное производство».

Официальный оппонент,

кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры «Литейное производство»

ФГАОУ ВО «Южно-Уральский государственный университет

(национальный исследовательский университет)»

454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, д. 76,

E-mail: erdakovin@susu.ru

тел.: 8 (351) 267-90-96



«23» сентября 2020 г.



Иван Николаевич Ердиков

Верно
Ведущий документовед
О.В. Гришина