

Отзыв  
официального оппонента Кожухова Алексея Александровича  
на автореферат диссертации Ефимова Семена Викторовича  
«Разработка комплексной технологии производства крупных штамповых  
плит Cr-Ni-Mo-V композиции легирования для предотвращения  
флокеноподобных дефектов и повышения эффективности термической  
обработки», представленной на соискание ученой степени кандидата  
технических наук по специальности  
2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»  
2.6.2 «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

### Актуальность диссертационной работы

Современный уровень развития металлургического оборудования позволяет в настоящее время решать практически любые задачи по обеспечению низких концентраций примесных элементов и газов в сталях (в частности водорода), низкой загрязненности стали неметаллическими включениями. Тем не менее имеется номенклатура продукции, в частности крупногабаритные поковки из хромоникельмолибденовых сталей при изготовлении которой возникают проблемы, связанные с образованием дефектов в виде флокенов несмотря на получаемые ультразвуковые концентрации водорода в агрегатах внепечной обработки стали. Это обстоятельство приводит к необходимости значительно перезакладываться при назначении режима противофлокенной обработки (предварительной термической обработки) после термодеформационного передела, что приводит к значительным энергетическим затратам при изготовлении данной продукции.

Исходя из вышеизложенного проделанная работа Ефимовым С. В. в области определения механизмов и факторов приводящих к образованию дефектов виде флокенов и установления оптимальных режимов предварительной термической обработки является достаточно актуальной.

**Научная новизна работы** в первую очередь связана с раскрытием многофакторности проблемы флокенообразования, установлением механизмов влияния каждого отдельного фактора и в совокупности на образование дефекта. Особенно важным является определение резервов современных технологий и оборудования по удалению водорода, а также параметры, позволяющие обеспечивать минимальные концентрации водорода. Следует также отметить, что

НИЦ «Курчатовский институт»

вх. № 1638	в ДЕЛО
03.06.2022	№ _____
ДОК	Л. подп.
Оценка: <i>дак</i> × 7 л.	

автор установил оптимальные режимы раскисления и модификации для исследуемых марок сталей, позволяющие получать минимальный уровень загрязненности металла по неметаллическим включениям. Достаточно доказательно установлено влияние полноты протекания превращения аустенита в феррито-перлитную структуру на получение мелкозернистой структуры и создания более благоприятных условий для удаления водорода при проведении предварительной термической обработки.

**Практическая значимость** диссертационной работы заключается в разработке, опробованию и внедрению технологических решений на конкретном предприятии ООО «ОМЗ-Спецсталь» с получением положительных эффектов по снижению брака и затрат при производстве штамповых сталей 56NiCrMoV7 и 5ХНМ. Полученные результаты и новые данные могут быть применены и на других металлургических предприятиях производящих аналогичную продукцию.

Диссертационная работа представлена на 233 страницах и состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы, содержащего 120 источников.

По теме диссертационной работы опубликовано 13 научных работ в журналах и различных сборниках трудов российских и международных научно-технических конференций, в том числе 9 статей в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК, 5 статей из которых входят в международные реферативные базы данных.

**Во введении** обоснована актуальность работы, сформулированы её основные цели и задачи, обозначены объекты исследования, научная новизна, практическая значимость, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** приводится литературный обзор, в рамках которого показано что, хотя к настоящему времени накоплено достаточное количество исследований посвященных изучению механизмов образования флокенов, но до сих пор появляются новые данные, которые уточняют ранее сделанные открытия и не ставят точку в этом вопросе. Представлены результаты ранее выполненных как отечественных, так и зарубежных исследований и на основании анализа открытых вопросов сформулирована постановка задачи диссертационной работы.

**Во второй главе** представлены исследуемые стали 56NiCrMoV7 и 5ХНМ, производимые на ООО «ОМЗ-Спецсталь», обоснована сложность решаемой научно-технической задачи. Продемонстрировано, что использование современного исследовательского, промышленного измерительного и испытательного оборудования позволяет спланировать и выполнить широкий комплекс испытаний с целью решения поставленных в работе задач с получением достоверных данных.

**В третьей главе** показано, что основной брак на этих сталях получаемый по дефектам ультразвукового контроля – это флокены. Представлены результаты металлографических и аналитических исследований, исследований содержания водорода в жидкой стали и поковках на забракованных заготовках. Установлено безопасное содержание водорода позволяющее максимально снизить риск образования дефектов. В результате исследований установлены два основных механизма развития дефектов: внутризеренное хрупкое разрушение и межзеренное. Установлены основные факторы, которые приводят к развитию этих механизмов. Определены наиболее критичные типы неметаллических включений, которые становятся коллекторами для накопления водорода с последующим образованием дефекта. Это: алюминаты кальция и магния, силикаты и сульфиды марганца, карбонитриды:  $\text{CaO}\times 6\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}\times \text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}\times 2\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MnS}$ ,  $(\text{Ti}, \text{V})$  ( $\text{C}, \text{N}$ ). Исследования микроструктуры дефектных образцов показало, что появление бейнита может говорить о не оптимальности режимов предварительной термообработки для данных сталей.

**В четвертой главе** изучено поведение водорода по ходу сталеплавильного передела, с использованием прямых измерений водорода в жидкой стали прибором Hidrys. Проведен статистический анализ влияния параметров на конечное содержание водорода. Установлены параметры, обеспечивающие получение минимальных концентраций водорода. Расчетным путем показано, что имеются резервы до 80% по снижению получаемых концентраций водорода. Путем прямого эксперимента доказано, что имеется ликвация водорода в слитке и его содержание в подприбыльной зоне может более чем в два раза превышать его содержание в центральной части.

**В пятой главе диссертации** представлены результаты проведенных экспериментов и исследований, направленных на определение режимов раскисления

и модифицирования, способа разливки обеспечивающих минимальную загрязненность металла неметаллическими включениями. Рассмотрено 5 вариантов раскисления и модифицирования. Для оценки наилучшего варианта были отобраны пробы литого металла и от поковки на всех этапах производства. Оценка загрязненности образцов литого металла и поковок неметаллическими включениями проводилась в соответствии со стандартом ASTM E1245, с определением количества, размера оксидных и сульфидных включений. Так же анализировался состав включений. В результате исследований были получены интересные данные:

- после ввода кальция, оксидные включения на основе алюминия резко снижаются;
- при содержании серы перед разливкой в слиток 0,005%, установлено увеличение количества сульфидных включений в поковке после ковки. При содержании серы 0,003% роста сульфидных включений не происходит;
- при отсутствии эффективной защиты металла от вторичного окисления наблюдается более чем 2-ный рост загрязненности и количества оксидных включений в пробах после разливки.

В результате рекомендуется на внепечной обработке до основного вакуумирования производить предварительное раскисление углеродом путем ввода его в виде карбида кальция или с использованием вакуум углеродного раскисления (за счет удаления кислорода через газообразные продукты раскисления) с последующим полным раскислением алюминием.

**В шестой главе** на основании построенных термокинетических диаграмм для стали 56NiCrMoV7 продемонстрировано, что при охлаждении аустенита могут происходить феррито – перлитное, бейнитное, а также мартенситное превращения. Сравнение термокинетических диаграмм при непрерывном охлаждении с нагрева 1200 и 860 °C показало существенное изменение температурных интервалов превращений: температурный интервал бейнитного превращения смещается в область более низких температур (начало бейнитного превращения смещается с 600 до 500°C); температурный интервал феррито-перлитного превращения также смещается в область медленных скоростей, так как минимум устойчивости аустенита в области превращения снижается с 730 до 620 °C; мартенситное превращение не изменилось. Используя полученные данные были разработаны для экспериментов режимы предварительной термической обработки, позволяющие

избежать выделения бейнита и провести максимально полное  $A \rightarrow \Phi + P$ . По результатам анализа дилатограмм для стали 56NiCrMoV7 установлен оптимальный режим предварительной термической обработки: охлаждение после ковки со скоростью 30-60 °C/час до температуры изотермической выдержки 670° с продолжительностью не менее 60 часов (с учетом стадии капежа 30+30 часов). С увеличением для условий промышленного производства на 10 часов. Для оценки эффективности перед опробованием в производстве были выполнены расчеты изменения концентрации водорода для разработанного режима и традиционно применяемого. Расчеты показали практическую идентичность по эффекту удаления водорода, но при сокращении времени обработки на 40%.

В результате промышленной проверки разработанных режимов на ООО «ОМЗ-Спецсталь» флокены по ультразвуковому контролю обнаружены не были. Внедрение всего комплекса разработанных результатов позволило снизить брак заготовок с 50% до 1,1% и сократить фактически длительность предварительной термической обработки на 20–30%.

### **Замечания по диссертационной работе**

1. Несмотря на всестороннее рассмотрение факторов влияющих на флокенообразование в работе отсутствует анализ влияния химического состава по отдельным элементам на образование дефектов.

2. В главе 5 приведен значительный объем данных по исследованиям количества, размера, состава неметаллических включений на различных этапах производства, но при этом отсутствует вывод о критических значениях приводящих к появлению дефектов.

3. При показанных значительных резервах по снижению содержанию водорода в процессе вакуумирования до 80%, разработанные и предложенные автором мероприятия позволили снизить концентрацию водорода со среднего значения 0,85 ppm до 0,5 ppm (~20%).

4. На стр.84 «... получение содержания водорода на минимально возможном уровне на каждой стадии технологического процесс» звучит не совсем корректно, так как никаких усилий кроме вакуумирования не рассматривается и противоречит стр.87 «... содержание .. перед вакуумированием .. прямым образом .. не определяет его конечное содержание».

5. Отсутствует корреляция между содержанием водорода начальным (до вакуумирования) и после вакуумирования – может масса металла не учтена в табл. 4.3?

6. Равновесное содержание водорода (по расчету) имеет порядок 0,1 ppm, а нижний предел определения водорода прибором Hidrys составляет 0,5 ppm. Не совсем понятно, как это факт учтен при проводимом в работе анализе.

Отмеченные замечания не снижают актуальности, научной новизны и практической ценности диссертационной работы.

Текст диссертации подробно освещает постановку задач, экспериментальные и расчетные методы их решения. Результаты диссертационной работы хорошо освещены в научных публикациях автора и доложены на научных конференциях высокого уровня. Автореферат отражает содержание диссертационной работы. В работе решена значимая научно-производственная задача.

В целом следует отметить, что диссертационная работа Ефимова Семена Викторовича представляет собой целостную и законченную работу, выполненную на высоком научном уровне.

Диссертационная работа Ефимова Семена Викторовича «Разработка комплексной технологии производства крупных штамповых плит Cr-Ni-Mo-V композиции легирования для предотвращения флокеноподобных дефектов и повышения эффективности термической обработки», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, по актуальности, научной новизне, практической и теоретической значимости полностью соответствует п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 г. №842 с изменениями, внесенными постановлением Правительства 01.10.2018 г. №1168 и от 20.03.2021 г. №426), а ее автор – Ефимов С. В. Заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальностям 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», 2.6.2 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Официальный оппонент,

доктор технических наук, доцент, заведующий кафедрой металлургии и  
материаловедения им. С.П.Угаровой, Старооскольский технологический институт  
им. А.А. Угарова (филиал) НИТУ «МИСиС»

Кожухов А. А.

Адрес: 309516, г. Старый Оскол, Белгородская обл., микрорайон им. Макаренко,  
д. 42, тел.: +7 (4725) 45-12-04, e-mail: [aa.kozhukhov@misis.ru](mailto:aa.kozhukhov@misis.ru)

Подпись Кожухова А.А. заверяю

Начальник ОК

ОТДЕЛ  
КАДРОВ

Копочинская С.В.

