

## **ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА**

Мазничевского Александра Николаевича

на диссертационную работу

Седухина Вадима Валерьевича

### **«Совершенствование химического состава и технологии выплавки дуплексной марки стали, легированной азотом, в открытой индукционной печи»**

представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

**Актуальность темы исследования.** Известно, что аустенитно-ферритные (дуплексные) нержавеющие стали, легированные азотом нашли широкое применение в нефтегазовой отрасли. Высокая потребность в сталях подобного класса, до недавнего времени, покрывалась за счёт импорта заготовки или готовой продукции из-за рубежа. Малый объём выпуска такой продукции на отечественных металлургических предприятиях, свидетельствует о недостаточной разработанности и внедрении технологий по получению промышленно значимых партий легированной азотом стали. Создание и развитие технологий и техники для освоения, к примеру, новых шельфовых нефтегазовых месторождений должно быть обеспечено не только современными стандартами, устанавливающими требования к проектированию, строительству и эксплуатации систем подводной добычи, но и повсеместному освоению металлургическими предприятиями новых сталей и сплавов, в частности, азотистых дуплексных и супердуплексных сталей.

Таким образом, представленная диссертационная работа по совершенствованию химического состава и технологии выплавки дуплексной стали UNS S32750 (российский аналог 03Х25Н7АМ4) является весьма актуальной.

**Структура и основное содержание работы.** Диссертационная работа Седухина В.В., изложенная на 125 страницах машинописного текста, состоит из введения, 5 глав, заключения и списка использованных источников из 123 наименований, а также 2 приложений. Диссертация содержит 44 рисунка и 18 таблиц. В приложениях приведены акт об использовании результатов работы на предприятии ООО «Златоустовский металлургический завод» (ООО «ЗМЗ») и справка об их внедрении (использовании) в учебный процесс при подготовке студентов по направлениям 22.03.02 и 22.04.02 «Металлургия».

**Во введении** обоснована актуальность и описана степень разработанности темы диссертационного исследования, кратко изложено содержание работы, сформулированы цель и задачи, представлены научная новизна и практическая значимость, а также основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** приведен литературный обзор по тематике исследования, затрагивающий историю возникновения аустенитно-ферритных сталей с описанием характерного им химического состава, структуры и некоторых свойств. Также рассматриваются преимущества и недостатки азота, как легирующего элемента. Особое внимание, при этом, уделяется вторичным фазам, которые могут формироваться в процессе кристаллизации или термической обработки дуплексных и супердуплексных сталей. Следует отметить качественное описание уравнений равновесной концентрации азота в стали из широкого круга работ различных авторов прошлых лет.

В завершающей части главы рассмотрены особенности горячей пластической деформации дуплексных нержавеющих сталей и обобщение всех рассмотренных аспектов в виде ряда задач, которые ставит перед собой автор, в более развернутом виде, чем это было сделано во введении.

**Во второй главе** приведена технология выплавки экспериментальных плавок, описаны материалы и методы исследований, использованные в работе.

**В третьей главе** показаны результаты термодинамического моделирования ряда промежуточных составов (в пределах марочного), а также двух дополнительно легированных ванадием в программе FactSage. На основании моделирования установлена температура плавления (ликвидус) стали, которая составила 1430 °С. Автором рассмотрено влияние граничных условий по основным легирующими элементам (хром, никель, молибден) на фазовый состав стали и критические температуры фазовых переходов. Также получены закономерности влияния этих элементов на растворимость азота:

- увеличение содержания хрома на 1 % увеличивает растворимость азота на 0,02 %;
- увеличение содержания никеля на 1 % снижает растворимость азота на 0,005 %;
- увеличение содержания молибдена на 1 % увеличивает растворимость азота на 0,03 %.

Помимо теоретической части, представлена технология и результаты выплавки серии экспериментальных лабораторных плавок № 1-9. Оценены микроструктура, неметаллические включения и содержание кислорода.

По результатам проведенных работ автором предложен оптимизированный химический состав стали UNS S32750, позволяющий получать слитки без наличия газовой пористости при выплавке в открытой индукционной печи. В данном химическом составе сужены пределы по ряду элементов по сравнению со стандартом DIN EN 10088-3-2014. Рассчитаны предельные растворимости азота для оптимизированного состава (0,363 мас. % N) и для стали дополнительно легированной ванадием на 0,3 мас. % (0,394 мас. % N), что даже больше, чем требуется по марке (0,32 мас. % N) согласно зарубежного стандарта.

В качестве резюме к главе 3, автор предлагает новый оптимальный химический состав стали с суженными пределами, скорректированные температурные режимы выплавки и разливки, а также предпочтительное раскисление для опытно-промышленного опробования, которое позволит обеспечить все предъявляемые к стали требования.

**В четвертой главе** описано моделирование горячей пластичности опытно-промышленной плавки с добавлением ванадия. Регрессионным анализом определена энергия активации и сопутствующие параметры, вследствие которых рассчитан параметр Зинера-Холломона. Автором наглядно продемонстрированы предельные деформации, которые способен выдержать металл перед видимым трещинообразованием, в широком диапазоне температур (900-1200 °C). Так, например, в испытаниях на сжатие при температурах деформации ниже 1100 °C многочисленные макротрешины и разрывы на поверхности образцов наблюдаются после истинной деформации в интервале 0,5-0,6. В процессе деформации при температуре 1100 °C появление поверхностных трещин происходит, начиная с деформации 0,8, а при температурах 1150 °C и выше, при которых аустенит испытывает частичную динамическую рекристаллизацию, поверхностные трещины наблюдаются после истинной деформации в интервале 1,0-1,1 либо вообще отсутствуют. В дополнение к этому продемонстрирована микроструктура образцов непосредственно после испытания при каждой исследованной температуре и скорости деформации.

**В пятой главе** приведены исследования и результаты изготовления опытно-промышленной партии трубной заготовки с учётом выводов, сделанных в предыдущих главах диссертационного исследования. Описан состав шихтовых материалов, технология выплавки и разливки металла в открытой индукционной

печи. Показана технология ковки (прокатки) слитков в передельную заготовку и готовую продукцию Ø 125 мм. Оценены макроструктура, микроструктура, механические свойства и стойкость к питтинговой коррозии. В ходе работ установлено, что выплавка стали усовершенствованного состава UNS S32750 в индукционной печи по скорректированной технологии позволяет получить слитки без наличия газовой пористости, а применение предложенной схемы деформации обеспечивает достижение показателей физико-механических свойств готовой металлопродукции, удовлетворяющих требованиям потребителя такой стали.

**В заключении** представлены основные выводы и результаты работы.

В работе получены результаты, имеющие **научную новизну**, среди которых можно отметить:

- в ходе термодинамического моделирования установлено влияние концентрации основных легирующих элементов (Cr, Ni, Mo) на фазовый состав стали UNS S32750, а также влияние легирования ванадием стали исследуемого химического состава и определена температура ликвидус исследуемого состава стали – 1430 °C;
- установлена зависимость, описывающая предельную концентрацию азота в стали UNS S32750 и определено значение температуры (1480 °C), которое необходимо применять для выполнения расчетов;
- экспериментально установлено, что при выплавке в индукционной печи стали UNS S32750, применение схемы окончательного раскисления «SiCa или кальций металлический из расчета на 0,1 масс. % Ca и никель-магниевая лигатура из расчета 2,5 кг/т» позволяет снизить содержание кислорода в стали до значений 0,0019-0,0023 масс. % по сравнению со схемой «алюминий из расчета 1 кг/т, SiCa или кальций металлический из расчета на 0,1 масс. % Ca и никель-магниевая лигатура из расчета 1,5 кг/т» – 0,0040-0,0071 масс. %;
- определено значение энергии активации процесса динамической рекристаллизации для стали UNS S32750 усовершенствованного состава – 501,3 кДж/моль, позволяющее рассчитать параметр Зинера–Холломона для различных температурно-скоростных режимов деформации.

**Теоретическая и практическая значимость** полученных результатов заключается в использовании ее результатов на ООО «ЗМЗ» для разработки временной технологической инструкции для дальнейшего освоения производства металлопродукции (трубная заготовка) из стали UNS S32750 с требуемыми показателями физико-механических свойств.

Кроме того, основные научно-технические результаты, представленные в работе, внедрены и используются в учебном процессе при подготовке студентов по направлениям подготовки 22.03.02 и 22.04.02 «Металлургия» в филиале ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)» в г. Златоусте.

**Достоверность** полученных результатов обеспечивается теоретическими расчётами и их подкреплением серией экспериментов, проведенных с использованием современного научного оборудования и апробированных аналитических методов, применением комплекса взаимодополняющих экспериментальных и аналитических методик, и подтверждена их воспроизводимостью и внедрением в условиях промышленного производства.

**По диссертационной работе есть следующие вопросы и замечания:**

1. Нарушена нумерация страниц в оглавлении диссертации начиная с п.2.4 и до главы 4 для соответствующих разделов.
2. В главе 3 (п.3.1.2) автор сообщает, что: «На основании проведенного литературного обзора было определено математическое выражение, позволяющее прогнозировать предельную концентрацию азота в расплавах систем Fe-Cr-Mn-Ni-Mo исследуемого химического состава – (1.25).», при этом в соответствующем разделе (стр. 32-36) приводится ряд выражений (1.9) - (1.28) различных исследователей для расчёта предельной растворимости азота, но нет обоснования чем формула (1.25) лучше других аналогичных и почему автор работы выбрал именно её?
3. В п.3.3 представлен обзор микроструктур и загрязненности неметаллическими включениями экспериментальных плавок № 1-9 при этом делаются вывод (стр. 79) о том, что: «...основным видом включений в стали являются нитриды алюминия, а их количество и размер (8-15 мкм) не удовлетворяют требованиям к чистоте металла по неметаллическим включениям.», представляется целесообразным проводить оценку включений в соответствии со стандартным методом, например, по ГОСТ 1778-70, методом Ш4 или Ш6 с указанием нормируемых требований к стали.
4. В выводах к главе 3 упоминается значительное количество избыточных фаз, которые формируются в стали UNS S32750 в процессе охлаждения после кристаллизации, такие как: нитриды типа  $MeN$  и  $Me_2N$ , карбиды типа  $Me_{23}C_6$ , интерметаллидные фазы  $\sigma ((Fe,Ni)_x(Cr,Mo)_y)$ ,  $\chi (Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10})$  и  $Z (CrVN)$ , однако нигде по тексту диссертации, не приводятся доказательства того, что какие-либо из этих фаз или неметаллических

включений выделились в опытных плавках. На микрофотографиях в разделе 3 приведены, в основном, нитриды и оксиды алюминия, и комплексные сульфидные или N-Al-O-Ca включения. По всей видимости, данный вывод делается на основании приведенных в п. 3.1.1 разрезов диаграмм состояния, однако следовало воспользоваться, например, рентгеноструктурным фазовым анализом для подтверждения их существования в опытных сталях.

5. Несмотря на отмеченную вредность алюминия «Производить раскисление стали алюминием не допускается.» (стр. 83), раскисление опытно-промышленной партии в процессе выплавки (п.5.1) автор проводил FeAlZr лигатурой и порошковым алюминием из расчёта 3 кг/т, вместо никель-магниевой лигатуры и силикокальция (кальция металлического), которые вводились только непосредственно перед разливкой сифоном.

## **Общее заключение**

Вышеуказанные недостатки не снижают научной и практической ценности результатов представленного диссертационного исследования и не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку выполненной работы. В целом диссертационная работа Седухина Вадима Валерьевича выполнена на современном научно-техническом уровне и представляет собой законченное исследование.

Основные результаты работы доложены и обсуждены на трех научно-практических конференциях и опубликованы в 8 научных работах, в том числе 6 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Также по результатам работы подана заявка на получение патента на изобретение РФ.

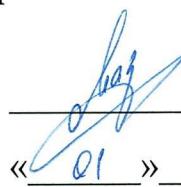
Автореферат соответствует содержанию диссертации, содержит научную новизну, практическую значимость, выводы по диссертационной работе. Материалы диссертации соответствуют заявленному паспорту специальности 2.6.2 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Считаю, что диссертационное исследование «Совершенствование химического состава и технологии выплавки дуплексной марки стали, легированной азотом, в открытой индукционной печи» полностью соответствует требованиям, сформулированным в п. 9 Положения о присуждении учёных степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, и предъявляемым требованиям на соискание учёной степени

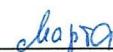
кандидата технических наук, а сам автор Седухин Вадим Валерьевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Официальный оппонент:

Технический директор, ООО «Ласмет»  
кандидат технических наук  
05.16.01 «Металловедение и термическая  
обработка металлов и сплавов»  
Мазничевский Александр Николаевич



Мазничевский А.Н.

« 01 » 

2023 г.

Адрес: 454047, Российская Федерация, Челябинская область, г. Челябинск,  
ООО «Ласмет», ул. 2-я Павелецкая, д. 18,  
e-mail: chiefteh@lasmet.ru, тел. +7 (351) 735-97-12

Я, Мазничевский Александр Николаевич, согласен на автоматизированную  
обработку персональных данных, приведенных в этом документе 

Подпись заверяю  
Главный бухгалтер

 Рябухина Т.А.

