

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80
E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702
ИНН/КПП 7736045483/773601001

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИМЕТ РАН

чл.-корр. РАН

В.С. Комлев

«15» февраля 2021 г

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертацию Петрова Сергея Николаевича
«Создание комплекса количественных методов электронной микроскопии
для анализа структурно-фазовых превращений в сталях и сплавах»,
представленную на соискание ученой степени доктора технических наук
по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов»

Актуальность работы

Исследования, направленные на создание комплекса взаимодополняющих
количественных методов структурного анализа, основанных на использовании
электронной микроскопии, дифракции отраженных электронов, двулучевых электронно-
ионных микроскопов, обеспечивающие получение информации о параметрах структуры
материалов на различных масштабных уровнях, необходимы для обеспечения
материаловедческих работ по созданию новых материалов, совершенствованию
технологий их производства, повышению эксплуатационных свойств и надёжности. В
связи с этим тема рецензируемой диссертационной работы Петрова С.Н. имеет
несомненную актуальность, как с научной, так и с практической точек зрения.

Научная новизна

В соответствии с поставленной целью автором диссертационной работы создан
комплекс количественных методов анализа микроструктуры, фазового и элементного
состава с использованием современных технических средств электронной микроскопии.
Одним из элементов новизны в представленной работе является эффективное
использование данных дифракции отраженных электронов для получения принципиально
новых результатов структурного анализа низколегированных сталей. Автором работы,
впервые в отечественной практике, с использованием данных дифракции отраженных

НИИ «Кузнецовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»	
Вх. № 543	в ДЕЛО
01.03.2021 г.	№
Осн. 5 л.	

электронов разработано несколько методов количественного структурного анализа:

- экспресс-метод выявления границ первичных аустенитных зерен в мартенситных и бейнитных сталях, основанный на анализе углов разориентировки на границах кристаллитов α -железа,
- метод идентификации и определения объемной доли структурных составляющих низколегированных сталей на панорамных изображениях значительного размера, позволяющий визуализировать отпускостойчивые структурные составляющие и оценивать их объемную долю, основанный на анализе распределения значений средней разориентировки кристаллитов (блоков)

Основным достоинством предложенного метода выявления границ первичных аустенитных зерен является возможность его использования в рамках стандартного пакета обработки данных, полученных при картировании ориентировок кристаллитов α -железа на представительном участке исследуемого образца. Для анализа микроструктуры высокотемпературной фазы, аустенита, автор диссертации вводит критерий значений разориентировки на границах кристаллитов низкотемпературной фазы, позволяющий выявить значительную долю границ первичных аустенитных зерен. Несмотря на отображение лишь отдельных сегментов выявленных границ зерен аустенита, предложенный метод позволяет проводить оперативные оценки их размеров и морфологии в мартенситных и бейнитных сталях. Дополнительное проведение анализа полюсных фигур для осей семейства $\langle 001 \rangle_\alpha$, построенных в пределах выявленных контуров аустенитных зерен, позволяет уточнить положение их границ, а также определить ориентировку и оценить уровень наклепа аустенита перед началом полиморфного превращения. Несмотря на полуколичественный характер предлагаемых решений, предложенная методика обеспечивает экспресс-анализ микроструктуры высокотемпературной фазы мартенситных и бейнитных сталей, и может быть использована для оптимизации режимов горячей пластической деформации. Одновременно автором предложен автоматизированный алгоритм выявления границ первичных аустенитных зерен по данным ориентировок кристаллитов α -железа с использованием специализированного программного обеспечения.

Автором диссертационной работы также решена проблема идентификации структурных составляющих дисперсных речных структур высокопрочных сталей. Предложенный Петровым С.Н. метод позволяет проводить идентификацию и определение объемной доли этих структурных составляющих на панорамных изображениях значительного размера на основе различия значений средней разориентировки в пределах кристаллита (блока). Калибровка значений, соответствующих той или иной структурной составляющей, проведена на ряде марок сталей, закаленных с контролируемой скоростью, с дилатометрическим контролем начала и окончания превращения. Построение карт распределения средней разориентировки кристаллитов с установленными для анализируемых структурных составляющих граничными значениями, позволяет провести их визуализацию и определить объемную долю. Предложенный подход обеспечивает

проведение количественного анализа закалочных структур бейнитно-мартенситных сталей, в которых соотношение получаемых структурных составляющих во многом определяет эксплуатационные свойства.

Предложенный автором диссертационной работы метод анализа структур отпуска мартенситных сталей также использует значения средней разориентировки кристаллитов. При этом проводится анализ гистограмм распределения значений средней разориентировки кристаллитов в пределах анализируемого участка. Бимодальное распределение анализируемого параметра указывает на незавершенность процесса отпуска и различную отпускостойчивость структурных составляющих. Построение карт распределения средней разориентировки кристаллитов позволяет визуализировать отпускостойчивые элементы структуры и оценить их объемную долю. Предложенный подход позволяет установить влияние микроструктуры на эксплуатационные свойства мартенситных сталей, формируемые в результате проведения отпуска. Особенно следует отметить значительное внимание, уделяемое автором верификации результатов, получаемых с использованием разработанных методик.

Для количественного фазового анализа жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавов автором рецензируемой работы использованы возможности автоматизированного панорамного анализа частиц на большом количестве полей с использованием растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа. При этом предварительно идентифицированные по элементному составу карбидные и интерметаллидные фазы, присутствующие в исследуемом сплаве, дифференцируются на получаемых изображениях по контрасту атомного номера. В результате накопления и обработки массива данных на участках большого размера проводится подсчет не только объемной доли наблюдаемых фаз, но и их морфологические параметры: распределение по размерам и характеристики формы частиц. Следует отметить, что предложенный подход по пределу обнаружения существенно превышает традиционно используемый для фазового анализа метод рентгеновской дифрактометрии. Полученные с использованием вышеуказанного метода результаты позволяют количественно оценивать структурно-фазовые изменения, происходящие в жаропрочных железохромникелевых сплавах в процессе эксплуатации в составе пиролизных установок нефтехимического синтеза и испытаний на длительную прочность.

Значительное внимание в работе уделено анализу тонкой структуры дисперсных фаз жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавов. Характерные размеры этих фаз, как правило, не позволяют традиционными методами приготовить из них образцы для исследований с использованием просвечивающей электронной микроскопии. В связи с этим автором использован метод приготовления тонких сечений частиц с использованием двулучевой растровой электронно-ионной микроскопии.

Практическая значимость работы

Практическая значимость работы заключается в создании аттестованных методик выполнения измерений структурных параметров материалов: объемной доли дисперсных

выделений в жаропрочных сталях и сплавах, размеров первичных аустенитных зерен в низколегированных сталях, объемной доли различных структурных форм альфа-железа (феррита, бейнита, мартенсита) и эволюции структуры в процессе отпуска в высокопрочных низколегированных конструкционных сталях. Использование разработанных методик обеспечило разработку высокопрочных хладостойких свариваемых сталей для арктического применения, среднеуглеродистой стали для деталей почвообрабатывающих механизмов, жаропрочного жаростойкого сплава 45X32H43СБ для пиролизных установок нефтехимического синтеза.

Использование методики микропрепарирования с применением фокусированного ионного пучка позволило выявить поликристаллическое строение частиц карбидов ниобия и хрома, интерметаллидной G –фазы, полиморфизм карбида ниобия в исходном литом состоянии сплава, обнаружить в частицах карбида хрома Cr_{23}C_6 микронного диапазона размеров частицы карбида ниобия Nb_2C размером не более 20 нм после высокотемпературной изотермической выдержки. Анализ структурных особенностей дисперсных фаз после испытаний жаропрочных железохромникелевых сплавов на длительную прочность в интервале температур от 900 °С до 1150 °С позволил обнаружить продукты их взаимодействия с атмосферным азотом, установлено, что карбиды ниобия и хрома, а также интерметаллидная G-фаза при взаимодействии с атмосферным азотом формируют фазу Cr-Ni-Nb-Si-Fe-N с гранцентрированной кубической решеткой с параметром 1.124 нм.

Достоверность результатов работы подтверждается аттестацией предложенных методик выполнения измерений, обеспечивающих получение результатов с гарантированным значением погрешности, воспроизводимостью получаемых результатов и их публикацией в рецензируемых научных журналах.

При рассмотрении представленной работы отмечен ряд замечаний:

1. Не приведены данные, характеризующие специфику использования ФИП для получения ламелей на тонком полудиске, применительно к поставленным задачам.

2. Результаты верификации методики выявления границ зёрен ИА выглядят не вполне убедительно. Поскольку автором самим отмечено, что примененный им метод вакуумного травления не позволяет выявить структуру границ зёрен на шлифах, подготовленных для исследования методом ориентационной микроскопии.

3. Предложенный метод идентификации и определения объемной доли структурных составляющих, использующий различия значений средней разориентировки в пределах кристаллита, не учитывает, что распределения средних разориентаций в пределах зерна в структурных составляющих перекрываются, что не позволяет достоверно отнести точки из промежуточного диапазона к той или иной структурной составляющей без использования дополнительных параметров.

4. Диапазоны значений уровня серого структурных составляющих, получаемые при регистрации обратно отраженных электронов сильно перекрываются, что требует дополнительных способов отделения, основанных на других признаках. Также, не

описано преимущество используемого метода перед коммерчески доступными методами анализа структурного и фазового состава с использованием обратно отраженных электронов.

Сделанные замечания относятся к частным вопросам интерпретации результатов. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком уровне, и содержит новые научно обоснованные технические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны.

Созданный комплекс количественных методов электронной микроскопии обеспечивает разработки и совершенствование сталей и сплавов, имеющих важное хозяйственное значение для судостроения и нефтехимического синтеза.

Рецензируемая диссертационная работа Петрова С.Н. соответствует требованиям п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 (в редакции, утвержденной постановлением Правительства РФ от 01.10.2018 № 1168), и предъявляемым ВАК РФ требованиям к диссертациям на соискание ученой степени доктора технических наук.

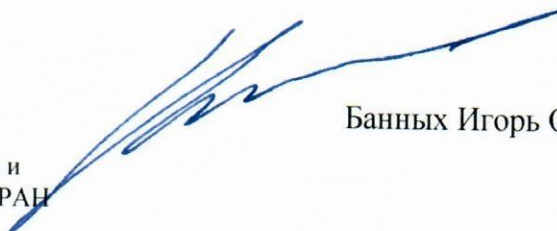
Диссертация соответствует специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов». Автореферат и опубликованные работы достаточно полно отображают ее содержание. Автор диссертации Петров С.Н. несомненно заслуживает присуждения искомой степени.

Диссертационная работа Петрова С.Н. была рассмотрена и получила положительную оценку на заседании Секции «Металловедение и металлофизика» Учёного совета Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН (протокол №1/21 заседания Секции от 11 февраля 2021 г).

Заместитель директора
по научной работе ИМЕТ РАН

к.т.н.

Зав. Лабораторией конструкционных сталей и
сплавов им. академика Н.Т. Гудцова ИМЕТ РАН
Тел.: +7(499)135-77-92
Эл.почта: ibannykh@imet.ac.ru



Банных Игорь Олегович