

НИЦ «Курчатowski институт»- ЦНИИ КМ «Прометей»		
ДОУ	Вх. № 381	в ДЕЛО
	«16» 02 2011 г.	№
	Осн. 9 л.	№
	Прил. л.	лп.

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Петрова Сергея

Николаевича на тему «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 темы диссертации

Совершенствование актуальных технологий производства, обеспечивающих повышение эксплуатационных свойств и ресурса имеющихся и создание новых более перспективных конструкционных и многофункциональных материалов, невозможно без глубокого понимания процессов формирования их структуры, химического и фазового состава и фазовых превращений, происходящих при технологических переделах и в условиях эксплуатации. На современном уровне развития научного материаловедения и имеющихся цифровых инструментальных технических средств, сменяющих традиционные подходы и аналоговые информационные технологии, в комплексных исследованиях все более важную роль играют объективные количественные данные о структурных, текстурных, фазовых, химических параметрах материалов, полученных с высоким разрешением и достоверностью. Еще большую актуальность такой подход приобретает для современных промышленных сталей и сплавов, отличающихся многокомпонентным химическим и сложным фазовым составом и многоуровневой иерархией их структурно-фазового состояния. Поэтому трудно переоценить высокую актуальность и важность настоящей докторской диссертации, выполненной Сергеем Николаевичем Петровым, посвященной разработке, обоснованию и апробации комплекса количественных электронномикроскопических методов анализа микроструктуры, фазового и элементного состава для обеспечения материаловедческих исследований по

созданию новых и совершенствованию существующих конструкционных материалов, а также использованию разработанных методик для выявления и установления основных закономерностей процессов, происходящих при деформировании, закалке, отпуске конструкционных сталей и в процессе старения жаропрочных жаростойких сплавов в температурно-силовых полях.

Структура и содержание диссертации. Публикации

Диссертация Петрова С.Н. состоит из введения, шести глав, выводов, заключения, списка цитированной литературы из 301 источника и приложения с 5 актами внедрения. Всего в диссертации 399 страниц текста, в том числе 201 рисунок и 15 таблиц. Во введении работы обоснована актуальность выбранной темы диссертации, определены и сформулированы цель и задачи исследований, описаны научная новизна результатов, их практическая значимость, достоверность, вклад автора, а также представлены положения, выносимые на защиту. Количество авторских публикаций с основными результатами диссертации составляет 29 статей в ведущих реферируемых журналах, рекомендованных ВАК, в том числе 22, индексируемые в базе данных Web of science.

В первой обзорной главе диссертант обсуждает современное состояние возможностей просвечивающей и растровой ориентационной электронной микроскопии для определения особенностей микроструктуры, локального элементного и фазового состава и кристаллографических характеристик. Сделан обзор существующих методических подходов для определения границ первичных (так называемых, бывших) аустенитных зерен в низколегированных сталях, испытавших различные фазовые превращения (с образованием феррита, бейнита или мартенсита, а также иных фаз).

Во второй главе описаны исследуемые материалы (составы и способы получения) и используемые методы исследования. В качестве объектов исследования, на которых отрабатывались методики количественного структурного анализа, а также проводились исследования структурно-фазовых

превращений, выбраны практически важные конструкционные стали феррито-бейнитного и бейнитно-мартенситного класса, жаропрочные жаростойкие железохромникелевые сплавы для пиролизных установок нефтехимического синтеза, азотсодержащая сталь 04X20H6Г11M2АФБ и никелевый сплав марки ХН55МВЦ-ИД. В третьей – шестой главах последовательно, систематически и компетентно изложена, обоснована и представлена в многочисленных примерах разработка и практическое использование оригинальных экспресс-методов выявления первичных аустенитных зерен (ПАЗ) и кристаллографических ориентаций продуктов превращения для сталей бейнитного и мартенситного классов, методов идентификации, определения объемной доли структурных составляющих в сталях и кинетики отпуска сталей, методов количественного фазового анализа в жаропрочных сплавах и, в том числе при испытаниях или эксплуатации.

Научная новизна, обоснованность и достоверность положений, выводов и рекомендаций диссертации

Все научные положения, выводы и рекомендации диссертации обоснованы, подтверждены экспериментально, апробированы и опубликованы. Научную новизну имеют большинство результатов, полученных при выполнении методических разработок для аналитических электронномикроскопических исследований и, соответственно, экспериментальных исследований закономерностей изменения структуры в изученных материалах. Новизна разработанных методик определяется следующим:

1. Впервые установлено, что применение критерия значений разориентировки границ кристаллитов ОЦК-структуры бейнитных и мартенситных сталей от 21° до 47° , не попадающих в интервал значений межвариантных разориентировок $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения железа, позволяет экспрессно выявить и визуализировать границы ПАЗ, используя стандартное

программное обеспечение при обработке результатов дифракции обратнорассеянных электронов.

2. Разработаны методы количественного анализа структурных составляющих α -железа в низколегированных сталях (феррита, бейнита, мартенсита), исследования кинетики отпуска мартенситных сталей и определения объемной доли отпущенного мартенсита на основе анализа значений средней разориентировки в пределах зерна.

3. Разработан метод количественного фазового анализа жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавов за счет разделения фаз на электронномикроскопических изображениях по контрасту атомного номера с их предварительной идентификацией по элементному и фазовому составу и последующим определением объемной доли каждого выявленного компонента.

На основе применения разработанных методик получены следующие новые научные результаты:

1. Впервые получены количественные профили распределения дисперсных фаз по толщине стенки реакционных труб пиролизных установок из жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавов после эксплуатации. Обнаружено, что при науглероживании металла до 4÷5 % масс. после шести лет эксплуатации у внутренней стенки образуются до 50÷60 % об. карбидов хрома стехиометрического состава Cr_3C_2 , при этом содержание хрома в аустенитной матрице снижается до 5÷7 % масс., что приводит к $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращению в основном металле трубы.

2. При использовании предложенного метода получения тонких сечений частиц микронного диапазона размеров впервые получены результаты анализа внутренней структуры дисперсных выделений интерметаллидной G-фазы, карбидов хрома и ниобия в жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавах.

3. Установлено, что при проникновении атмосферного азота в жаропрочные жаростойкие железохромникелевые сплавы через поверхностный оксидный слой при температуре выше 900 °С интерметаллидная G-фаза,

карбиды ниобия и хрома трансформируются в многокомпонентную фазу системы Cr-Ni-Nb-Si-Fe-N, имеющую гранцентрированную кубическую решетку с параметром $a=1,124$ нм.

Достоверность экспериментальных результатов, положений, выводов и рекомендаций данной диссертации определяется применением современного метрологически поверенного электронномикроскопического оборудования, аттестованных методик выполнения измерений, воспроизводимостью получаемых результатов и их верификацией с помощью комплекса взаимодополняющих, взаимоуточняющих методов, а также соответствием полученных результатов представлениям современного металловедения и опубликованным в научной литературе данным.

Научная и практическая значимость результатов

Научная и практическая значимость результатов работы, выполненной Петровым С.Н., заключается в развитии современных металловедческих представлений о механизмах формирования структуры и свойств ряда высокопрочных коррозионностойких, жаропрочных жаростойких сталей и сплавов, предназначенных для практического использования в ответственном промышленном оборудовании. С использованием созданных и внедренных в практику научных исследований методик разработаны высокопрочные хладостойкие свариваемые стали для арктического применения, среднеуглеродистые стали для деталей почвообрабатывающих механизмов, жаропрочный жаростойкий сплав 45X32H43СБ, обеспечивающий работоспособность центробежно-литых труб для пиролизных установок нефтехимического синтеза при температуре 1100°C .

Созданные в диссертации количественные методы и методики аналитических электронномикроскопических исследований представляют несомненный интерес для науки и производства. Результаты могут быть использованы в организациях и учреждениях, ведущих исследования и образовательную деятельность в области металлофизики, прочности и

пластичности металлов и сплавов, а также в области физического материаловедения, в частности, в Институте металлургии и материаловедения РАН, Институте физики металлов УрО РАН, Институте физики прочности и материаловедения СО РАН, НИТУ "Московский институт стали и сплавов", Санкт-Петербургском федеральном университете, Уральском федеральном университете, национальных исследовательских, Томском политехническом и Томском государственном университетах, в других организациях и предприятиях (полученные результаты внедрены в ряде организаций, акты представлены в приложении). Их целесообразно использовать, в том числе в учебных курсах.

Внутреннее единство структуры работы

Диссертация хорошо структурирована, последовательно изложена и имеет все необходимые разделы от постановки целей и задач, обзора и методов решения задач до результатов эксперимента, их анализа, выводов и заключения, а также приложения о внедрении результатов. Содержание диссертации соответствует указанной специальности, а автореферат содержанию диссертации. Материалы работы достаточно полно опубликованы в печати.

Критические замечания

1. При разработке и обосновании метода выявления границ ПАЗ в главе 3 (раздел 3.1) на рис. 3.2, 3.3, 3.4, 3.6, 3.7 представлены изображения, полученные при ориентационной растровой электронной микроскопии. Обращает на себя внимание большой разброс по размерам и высокая неравноосность формы ПАЗ и их плохая огранка (извилистость «красных» границ). Чем это объясняется? Поскольку, на наш взгляд, напротив, даже в данной мелкозернистой стали структура ПАЗ должна быть иной: с более хорошей планарной огранкой и не столь разнотернистой (например, как на рис. 3.6, 3.19 или схеме рис. 3.16). При этом также смущает часто однопакетный

характер речееного мартенсита внутри ПАЗ на данных рисунках. Чем обусловлено существенно неполное количество кристаллографических вариантов мартенсита в данных случаях?

2. Важной является проблема верификации данного метода. Контролировалась ли зеренная структура именно изученных образцов для более убедительной верификации альтернативными методами, например, оптической металлографией. Какова близость результатов? Например, на рис. 3.10 вакуумное травление выполняли на той же стали (как и на рис. 3.2), но после какой термообработки? Из раздела 3.4.2 это не следует. Обращает также внимание, что размеры, форма, пакетность отличаются во всех приведенных случаях (от рис. 3.2 до рис. 3.14). Как это объяснить? Это разные стали и обработки?

3. На наш взгляд, при решении вопросов верификации метода не хватило изучения модельных мастер-сплавов с идеальными ПАЗ, хотя то, что работа выполнена на реальных практически важных сталях является очевидным достоинством работы и это более важно (особенно с учетом выбранной специальности 05.16.01).

4. Идентификация структурных составляющих низкоуглеродистых высокопрочных сталей, основанная на использовании параметра средней разориентировки по структурному элементу, предложенная автором диссертационной работы, использует критерии дифференциации, полученные на модельных образцах, закаленных с постоянной контролируемой скоростью. В реальных объектах скорость охлаждения при закалке уменьшается с уменьшением температуры. Как это можно корректно и достоверно учесть при дифференциации идентифицируемых структурных составляющих.

5. При исследовании распределения значений средней разориентировки в пределах структурного элемента автором показано, что по мере прохождения процесса отпуска высокопрочных мартенситных сталей пик распределения сдвигается в сторону значений, характерных для бейнита в закаленном состоянии. При этом не представлено обсуждение проблемы

дифференциации бейнитных и мартенситных структурных составляющих сталей в состоянии после отпуска.

6. Автор уделил значительное внимание проблемам взаимодействия атмосферного азота с жаропрочными сплавами при испытаниях на длительную прочность, однако в работе нет обсуждения проблемы о влиянии подобного взаимодействия на рабочий ресурс конструктивных элементов установок нефтехимического синтеза.

Указанные замечания не снижают ценность диссертационной работы и ее высокой положительной оценки.

Заключение

Таким образом, диссертационная работа Петрова С.Н. является завершенной научно-квалификационной работой, в которой разработан комплекс количественных методов электронной микроскопии, основанных на современных подходах к определению локального элементного и фазового состава и кристаллографических ориентаций на основе которого выявлены и установлены основные закономерности структурных и фазовых превращений при деформировании, закалке и отпуске исследованных высокопрочных конструкционных и функциональных сталей, а также в процессе эксплуатации и испытаний на длительную прочность жаропрочных сплавов, что следует считать крупным научно-методическим достижением в области структурного материаловедения и наук о материалах.

Диссертация соответствует специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Диссертация Петрова С.Н. соответствует требованиям п. 9, предъявляемым к докторским диссертациям Положением 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), а ее

автор Петров С.Н. заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук.

Руководитель отдела электронной микроскопии, главный научный сотрудник лаборатории цветных сплавов Института физики металлов Уральского отделения Российской академии наук, доктор физико-математических наук, профессор, Заслуженный деятель наук РФ



Владимир Григорьевич Пушин

«9» февраля 2021 г.

Почтовый адрес: 620108, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18

Тел.: (343)374-35-32

E-mail: pushin@imp.uran.ru

Подпись В.Г. Пушина заверяю

ученый секретарь ИФМ УрО РАН

кандидат физ.-мат. наук



И.Ю. Арапова