

ЦНИИ КМ «Прометей»	
Вх. № 3994	в ДЕЛО
14.11.2014 г.	№
Осн. 9 л.	подп.
Прил. л.	

Отзыв

официального оппонента на диссертацию и автореферат Пазиловой Ульяны Анатольевны на тему «Формирование структуры при изготовлении листового проката и отпуске сварных соединений из низкоуглеродистых высокопрочных сталей и взаимосвязь ее с физико-механическими свойствами», представленных на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01- «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность темы диссертации. Работа посвящена отработке режимов термомеханической обработке с использованием контролируемой прокатки и закалки из потока стана (ТМСР), а также свариваемости листов трех высокопрочных судовых сталей. Эта работа позволяет создать научно-техническую основу для производства и использования в российском судостроении современных сталей, сочетающих высокую прочность с высокой ударной вязкостью при низких температурах, а также хорошей свариваемостью. Для внедрения таких сталей в промышленное производство необходима разработка режимов ТМСР на основе информация о влиянии ее на структуру и свойства сталей, а также разработка режимов сварки на основе информации о влиянии режимов нагрева и охлаждения на структуру и свойства зоны термического воздействия (ЗТВ). При ТМСР и сварки в ЗТВ стали нагреваются до разных температур и охлаждаются с различными скоростями.. Работа представляет систематическое исследование влияние режимов нагрева и охлаждения на структуру и свойства сталей. Причем диссертант изучил влияние на структуру и свойства только таких скоростей нагрева и охлаждения, которые имеют место в промышленных технологиях. Кроме того, в работе исследуются влияние температуры на ударную вязкость и механизмы разрушения трех низколегированных высокопрочных сталей. Таким образом, работа вносит существенный вклад в физическое материаловедение сталей для судостроения, обеспечивает переход от среднепрочных к высокопрочным сталям с уровнем напряжений течения ~ 750 МПа при сохранении ударной вязкости на уровне ≥ 100 Дж/см². С этой точки зрения диссертационная работа Пазиловой У.А. является безусловно **актуальной**.

Достоверность и обоснованность научных положений, практических рекомендаций и выводов диссертации основана на применении взаимодополняющих современных методов исследований, которые включают в себя исследование фазовых превращений при нагреве и охлаждении с использованием дилатометра с возможностью сжатия, а также комплекса

GLEBLE3800 для моделирования влияния режимов ТМСП на структуру и свойства. Исследования структуры были выполнены с использованием методики оптической микроскопии, дифракционной просвечивающей и растровой электронной микроскопии, включая анализ карт разориентировок методом EBSD анализа, а исследования механических свойств были выполнены при испытаниях на растяжение, статическом изломе образцов с U-образным надрезом при комнатной температуре, ударной вязкости образцов Charpy с V-образным надрезом в интервале температур от -60°C до 20°C , а также твердости по Виккерсу. Приведенные в работе результаты исследований, полученные с использованием различных методик, достаточно хорошо согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам. Полученные экспериментальные данные о структуре и физико-механических свойствах сталей обсуждены на основе общепринятых положений современного физического материаловедения. Проведение исследований с использованием различных методов и хорошая сходимость данных свидетельствуют о достоверности и надежности результатов, положений и выводов диссертации.

Содержание работы. Диссертация состоит из введения, семи глав, общих выводов по работе, библиографического списка из 107 наименований, актов внедрения результатов работы, оформленных в виде приложений А и Б, изложена на 210 страницах, содержит 100 рисунков и 13 таблиц.

Во **введении** обоснована актуальность диссертационной работы, сформулированы цель, научная и практическая значимость, приводятся положения, выносимые на защиту, приводятся данные по достоверности полученных результатов, личном участии автора в выполнении работы, апробации работы, публикациях, выполненных по результатам работы, описывается структура диссертации.

В **главе 1** автором рассмотрено текущее положение с использованием и разработкой судостроительных сталей, рассмотрены основы технологии изготовления из них листового проката с использованием термомеханической обработки, в том числе ТМСП, рассмотрены научно-технические аспекты свариваемости этих сталей, проанализированы процессы, происходящие при отпуске сталей. Сформулирована цель и конкретные задачи диссертационного исследования.

В **главе 2** приведены составы трех изучаемых сталей, рассмотрены используемые в работе методики исследования их структуры, которые включают оптическую металлографию, просвечивающую и растровую

микроскопию, включая анализ разориентировок методом EBSD анализа, механических свойств, включая испытания на растяжения, ударную вязкость, статический излом, микротвердость, а коррозионного растрескивания. Комплекса GLEEBLE 3800 и исследования фазовых превращений с использованием дилатометра с возможностью сжатия. Описана методика дуговой сварки под слоем флюса.

Глава 3 посвящена изучению влияния режимов нагрева и охлаждения на фазовые превращения, структуру и микротвердость сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ, 10ХН2МДБ с целью смоделировать структурные изменения при сварке в ЗТВ. Примененные скорости нагрева ($100^{\circ}\text{C}/\text{с}$) и охлаждения (от $50^{\circ}\text{C}/\text{с}$ до $6^{\circ}\text{C}/\text{с}$) соответствуют реальным технологическим процессам. Кроме того, для стали 10ХН2МДБ было выполнено исследование влияния пластической деформации со степенью 30% на структуру, формирующуюся при охлаждении с температуры 950°C , что является моделированием влияния термомеханической обработки на структуру. Автор определила критические точки в этих сталях, изучила структуры и микротвердость после нагрева до различных температур и охлаждения с различной скоростью. Для сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ нагрев до температуры 1350°C независимо от скорости охлаждения приводит к получению очень высокого значения твердости $\geq 500 \text{ HV}$, что не типично для низкоуглеродистых сталей. В то же время нагрев в межкритическом интервале приводит к уменьшению твердости до 320-350 HV и 250-270 HV для сталей 10ХН4МДФ и 10ХН3МДФ, соответственно. Твердость Сталь 10ХН2МДБ во всем интервале нагрева слабо зависит от скорости охлаждения. Для этой стали описаны структуры, полученные при низких скоростях нагрева и охлаждения.

В главе 4 представлены результаты моделирования образования структуры в стали 10ХН2МДБ при ТМСП с заменой водяного охлаждения на воздушное со скоростью $10^{\circ}\text{C}/\text{с}$ с измерением микротвердости, а также анализ структуры, механических свойств, которые включают в себя статические испытания и испытания на ударную вязкость, а также коррозионные свойства. Кроме того, анализируются структура и свойства прокатанных по упрощенной, по сравнению с технологией Nippon Steel, технологией ТМСП листов стали 10ХН2МДБ. Сталь продемонстрировала хорошие механические свойства, превышающие требования технических условий.

Глава 5 посвящена анализу влияния отпуска на структуру, механические свойства, природы деформационного упрочнения рассматриваемых сталей. Показано, что при отпуске стали 10ХН4МДФ при температуре 450°C есть

признаки понижения ударной вязкости, связанной с образованием прослоек цементита по большеугловым границам. Однако, этот процесс не приводит к значимому охрупчиванию, поскольку межзеренные выделения цементита инициируют межзеренное разрушение, но не могут обеспечить нестабильное распространение трещины критической длины по границам; квази-хрупкое внутризеренное разрушение остается основным механизмом. Изучение влияния отпуска при температурах 600°C и 640°C показало, что сталь 10ХН4МДФ с крупнозернистой структурой демонстрирует очень высокую ударную вязкость, характерную для сталей со структурой троостита отпуска (tempered martensite lath structure) и не склонна к обратимой отпускной хрупкости. Также проведено моделирование влияние нагрева до различных температур и последующего охлаждения со скоростью 50°C/с на структуру сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ, 10ХН2МДБ.

Глава 6 посвящена установлению причин растрескивания сварных соединений при послесварочном отпуске сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ и 10ХН2МДБ. Показано, что пластичность сталей с крупнозернистой структурой не велика, а понижение скорости деформации при температуре отпуска приводит к ее разрушению практически сразу после достижения предела текучести. Изучены механизмы разрушения при деформации при температурах 600°C и 640°C с целью выявить природу появления трещин в сварных швах.

Глава 7 посвящена изучению влияния послесварочного отпуска на структуру и свойства сварных соединений из стали 10ХН2МДБ. Показано, что послесварочная термическая обработка позволяет поднять ударную вязкость. Описывается внедрения стали этой марки в практическое использование по результатам диссертационной работы.

Значимость работы для науки и практики. Проведенное исследование влияние ТМСР и сварки на структуру, механические и коррозионные свойства сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ, 10ХН2МДБ позволило получить ряд важных новых научно-технических результатов, которые будут способствовать как совершенствованию композиций и режимов обработки данного класса судостроительных сталей, так и внесут вклад в наши представления о структуре и свойствах низколегированных сталей, природе их механических свойств. К наиболее интересным новым научным результатам оппонент считает необходимым отнести влияние режимов термомеханической обработки, а также термической обработки, имитирующий нагрев ЗТВ, на структуру и свойства сталей с объяснением причем этого влияния. Диссертант внесла большой вклад в понимании структур, формирующихся при

термомеханической и термической обработке низколегированных сталей с низким содержанием углерода, их влияние на прочность этих материалов. Практическая значимость работы не вызывает сомнений, так как по результатам работы получено 2 патента, внедрена сталь с гарантированным пределом текучести 750 МПа и методика моделирования структуры ЗТВ при сварке. Выполненная диссертантом работа позволила внедрить технологию производства отечественной высокопрочной хорошо свариваемую сталь для судостроительной промышленности. Следует отметить, что повышение доли сталей средней и высокой прочности с пределом текучести 450-600 МПа и выше до 40% в общем объеме сталей, используемых в судостроении, является мировым трендом.

Структура диссертации соответствует требованиям ВАК. После каждой из глав результатов работы представлены частные выводы, которые полностью отражают их сущность. Заключение и общие выводы, кроме вывода №7 (см. замечание 7), также **обоснованы и достоверны**. Полученные результаты работы соответствуют поставленной цели и задачам. **Научные положения**, вынесенные на защиту, обоснованы, достоверны и отличаются новизной. Содержание автореферата отвечает содержанию диссертации. Тема диссертации соответствует заявленной специальности. Диссертация представляет собой завершённую работу в целом. Основные результаты работы опубликованы в научных изданиях, причем 3 статей были опубликованы в журналах, входящих в базы данных WOS и Scopus. Результаты представлялись на различных научных конференциях и семинарах. По качеству оформления, языку и стилю автореферата и диссертации, а также некоторым результатам имеются **замечания**, которые одновременно можно рассматривать как рекомендации по повышению уровня последующей работы диссертанта:

1. Структура диссертации не оптимальна. 7 глав и 9 выводов слишком много. Название диссертации слишком длинное. Оно должно быть коротким и не превышать 10 слов.
2. Анализ фазовых превращений выполнен методом термического анализа, методика которого не описана в главе 2. Совершенно не понятно, почему диссертант не привела данные дилатометрии, которые позволяют с высокой точностью и достоверности определить температуры начала и конца как бейнитного, так и мартенситного превращения. Критические точки в сталях необходимо было определять методом дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC) или, в крайнем случае, дифференциальным термическим анализом (DTA).

3. Большая часть структурных исследований выполнена методом оптической металлографии. Применение EBSD анализа вместо оптической металлографии позволило бы существенно увеличить достоверность интерпретаций комплексных структур, формирующихся при охлаждении, что является самой слабой частью работы. Рассмотрение ориентационных соотношений кристаллов по данным EBSD в соответствии с соотношениями Курдюмова-Закса по этим данным позволило бы повысить достоверность в интерпретировании таких структур как пакетный мартенсит, который точно соответствует ориентировке КЗ и нижний бейнит, который отклоняется от соотношения КЗ на значимый угол. Кроме того, границы между бейнитными пластинами (sub-units) в пределах одной колонии (sheave) практически всегда малоугловые, а границы между блоками пакетного мартенсита в пределах одного пакета в большинстве случаев представляют специальные границы. Как следствие, эти данные полученные диссертантом неоднозначны и требуют уточнений. Вызывают большие сомнения интерпретация структуры стали 10X2H2МДБ после медленного переохлаждения как глобулярного бейнита. Глобулярный бейнит может формироваться в низкоуглеродистых сталях за счет эффекта разделения состава по углероду. Соответственно, глобулярный бейнит должен чередоваться со структурой пакетного мартенсита и остаточного аустенита, что не наблюдается на рис.3.6.2. Эту структуру можно интерпретировать скорее в терминах смешанной структуры игольчатого феррита (acicular ferrite) и бейнита (рис.3.6.2 б и в). Представленную на рис.3.6.2 д и е структура больше похожа на одну из разновидностей видманштеттова феррита. Никакого глобулярного бейнита на рис.4.1.1в-е я не увидел. На рис.4.1.1-4.1.3 наблюдается типичная структура пакетного мартенсита, что подтверждается величиной микротвердости. То же самое можно сказать, про структуру, приведенную на рис.4.2.2-4.2.4, а также 5.2.1.4 и 5.2.2.1, 7.1.2г. Такое впечатление, что диссертант не различает размер исходного аустенитного зерна и размер пакета, который тоже окружен большеугловой границей и представляет область, в которой превращение прошло по одной плоскости $[111]_\gamma$ (рис.4.1.4).

4. Диссертанту следует всегда снимать дифракционные картинки при использовании просвечивающей электронной микроскопии с идентифицируемых структур, что позволяло бы достаточно точно разделить аустенит от мартенсита/бейнита/феррита. На рис.3.9.1 и 3.9.3, прослойки по границам бейнитных колоний (sheaves) были интерпретированы диссертантом как двойниковый мартенсит, хотя их вид типичен для остаточного аустенита. На основании рассуждений о доле остаточного аустенита диссертант делает выводы о причинах разной твердости после охлаждения от различных

температур. Следовало бы подтвердить эти выводы измерением доли аустенита магнитным методом. Кроме того, диссертанту следовало бы определять такие параметры структуры мартенсита и бейнита как плотность дислокаций по данным ПЭМ, а также расстояние между большеугловыми границами по данным EBSD. Недостатки структурных исследований не позволили выявить природу получения высокой твердости в сталях 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ при охлаждении с температуры 1350°C. Представленная смешанная структура пакетного мартенсита (lath martensite) и нижнего бейнита не могут обеспечить твердость на уровне 50HRC в стали типа 4310, к которым близки по химсоставу исследованные стали. Диссертанту следовало было идентифицировать выделившиеся в нижнем бейните карбиды.

5. Диссертант не в курсе прогресса в установлении природы обратимой отпускной хрупкости, достигнутой за последние 30 лет и отраженной во всех англоязычных учебниках по термической обработке сталей. Этот феномен связан с сегрегациями Р, а также других элементов, указанных в главе 1, по большеугловым границам. Легирование сталей увеличивает сегрегации. Роль Мо в микроструктурном дизайне исследованных диссертантом сталей предотвратить образование этих сегрегаций, поскольку он образует пару Мо-Р с высокой энергией связи, что предотвращает образование сегрегаций по границам зерен, поскольку практически весь фосфор остается в феррите. Уход Мо из феррита в виде выделения карбидов M_2C приведет к появлению обратимой отпускной хрупкости. Соответственно, необходимо четко контролировать их выделения, определяя ориентационное соотношение $[0001]_{M_2C} \parallel [011]_{\alpha\text{-ferrite}}$. Есть все основания полагать, что представленные на ПЭМ картинках в тексте диссертации могут принадлежать к типу M_2C . Отсутствие мониторинга выделения этих карбидов является недостатком работы.

6. Диссертанту следовало бы использовать для испытания на ударную вязкость образцов с V-образным надрезом (Charpy specimen) стандарт ASTM E-23 вместо ГОСТ 9454-78. Это позволило бы значительно упростить и повысить информативность испытаний за счет записи диаграммы сила - перемещение. Во первых, напряжения ареста распространения трещины легко определяются из этой диаграммы, что исключает необходимость выполнения специального эксперимента. Во вторых, можно было бы четко установить природу ХВП, анализируя стадии инициации трещины, стабильного и нестабильного ее распространения, а также стадию ареста нестабильного распространения трещины. Соответственно, вся фрактография должна была быть выполнена из всех этих зон, индивидуально. Кроме того, диссертанту следовало бы испытать образцы с V-образным надрезом, располагающимся исключительно в зоне шва, ЗТВ и основного металла вдоль/параллельно линии

шва при оценки влияния сварки на ударную вязкость. Соответственно, причины влияния температуры нагрева и скорости охлаждения сталей 10ХН4МДФ, 10ХН3МДФ на их ударную вязкость остались не понятными.

7. Диссертант не совсем верно интерпретирует данные фрактографии и структурных исследований зон разрушения. Вязкое зернограницное разрушение на рис.6.8 отсутствует. На рис.6.10 видно зарождение трещин по границам исходных аустенитных зерен. Однако их распространение происходит внутри этих зерен по механизму квази-хрупкого разрушения. На рис.6.13 и 6.18 характер разрушения исключительно внутризеренный. Признаки образования трещин в результате зернограницного проскальзывания выявляются только для стали 10ХН2МДБ на рис.6.9 в и ж и 6.17г. Причем, образование этих трещин является сопутствующим процессом и не приводит к разрушению. Соответственно, вывод №7 не подтвержден экспериментальными данными. Никаких признаков рекристаллизации на рис.6.16 б нет. Диссертанту для определения природы провала пластичности крупнозернистого материала следовало бы проанализировать все три области образования трещины на поверхности разрушения. Могу только предположить, что образование трещины небольшой длины приводит к ее нестабильному распространению.

Сделанные замечания не изменяют общей положительной оценки результатов диссертационной работы и не снижают ее научной и практической ценности. Оппонент считает своим долгом заявить, что диссертация Пазиловой У.А. является высококачественным научным исследованием, имеющим большую практическую ценность. Уровень данной работы намного превосходит средний уровень диссертаций, защищаемых по специальности 05.16.01- металловедение и термическая обработка металлов и сплавов в РФ. Диссертация Пазиловой У.А. представляет собой законченное исследование, которое характеризуется обоснованностью вынесенных на защиту научных положений, а также выводов и предложений по практическому использованию. Представленная работа соответствует паспорту специальности 05.16.01- металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки). в пунктах 2 (теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях), 3 (теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры), 4 (теоретические и экспериментальные исследования термических, термоупругих, термопластических, термохимических, термомагнитных, радиационных, акустических и других воздействий изменения структурного состояния и свойств металлов и сплавов), 9 (разработка новых принципов

создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ:

Диссертация Пазиловой Ульяны Анатольевны является законченной научно-квалификационной работой, отвечающей критериям Положения о порядке присуждения учёных степеней, предъявляемым к диссертационным работам на соискание учёной степени кандидата технических наук и содержащей научно обоснованные технические и технологические решения по важной народно-хозяйственной задаче: Формирование структуры при изготовлении листового проката и отпуске сварных соединений из низкоуглеродистых высокопрочных сталей и взаимосвязь ее с физико-механическими свойствами. Диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842., а автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент:

Кайбышев Рустам Оскарович, д. ф. м. н., снс, профессор кафедры материаловедения и нанотехнологий Белгородского государственного национального исследовательского университета.

Почтовый адрес: 308015, Белгородская область, г. Белгород, ул. Победы, 85; +7(4722) 585417; Эл.почта: rustam_kaibyshev@bsu.edu.ru



Кайбышев Р.О.

Подпись Р.О. Кайбышева удостоверяю:

Личную подпись
удостоверяю
Документовед
управления
по развитию
персонала и
кадровой работе



Одноразово
17.11.17