

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию

Петрова Сергея Николаевича

на тему

**«Создание комплекса количественных методов электронной микроскопии для анализа  
структурно-фазовых превращений в сталях и сплавах»**

по специальности

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

на соискание ученой степени доктора технических наук

Аналитические методы исследования микроструктуры сталей и сплавов играют важную роль в оценке свойств металлических материалов с целью разработки принципиально новых и модернизации существующих материалов, включая создание и совершенствование технологий их производства. Одним из эффективных методов исследования микроструктуры металлов и сплавов является растровая электронная микроскопия. Благодаря сравнительной простоте управления в силу автоматизации всех этапов получения и первичной обработки информации, с которыми сталкивается обычный пользователь-исследователь при проведении тех или иных научно-исследовательских работ, растровая электронная микроскопия получила очень широкое распространение. В последние два десятилетия бурно развивается одно из направлений использования растровой электронной микроскопии связанное с автоматическим анализом картин дифракции обратнорассеянных электронов. Возможности данного направления трудно переоценить. Новые предложения по использованию метода дифракции обратнорассеянных электронов появляются до того как пользователи успевают освоить ранее разработанные. Складывается парадоксальная ситуация: несмотря на востребованность эффективных методов структурного анализа, один из наиболее многообещающих используется далеко не в полной мере. Во многом это связано с отсутствием четких методик проведения исследований с использованием растровой электронной микроскопии. В этой связи диссертация Петрова С.Н., посвященная разработке, обоснованию и апробации количественных электронномикроскопических методов анализа микроструктуры, фазового и элементного состава сталей и сплавов является, безусловно, актуальной.

Работа изложена на 399 страницах, включает введение, 6 глав, «основные выводы», список сокращений и библиографический список из 301 наименования.

|               |    |        |
|---------------|----|--------|
| Вх. № 481     |    | в ДЕЛО |
| 24.02.2021 г. |    |        |
| Осн. 6        | л. | №      |

Во введении представлены актуальность, цель, задачи и объекты исследования, научная новизна и практическая значимость работы, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен аналитический обзор количественных методов локального структурного анализа, особое внимание уделено растровой электронной микроскопии с автоматическим анализом картин дифракции обратнорассеянных электронов, сформулированы задачи диссертационной работы.

Во второй главе описаны материал и методы исследования.

В третьей главе представлен метод выявления границ первичных аустенитных зерен на основе выделения границ с разориентировками  $21-47^\circ$ , предложен метод определения ориентировки первичных аустенитных зерен по координатам базисных осей  $\langle 001 \rangle$  в пределах выявленного контура границ, приведены результаты верификации методов с использованием вакуумного травления и микротекстурного анализа.

Четвертая глава посвящена разработке и практическому применению методов анализа величины средней разориентировки между соседними точками на карте ориентации кристаллической решетки в пределах одного зерна по данным дифракции обратнорассеянных электронов для идентификации феррита, бейнита и мартенсита в конструкционных сталях, исследования процессов отпуска высокопрочных сталей, исследования процессов рекристаллизации, определения размеров пластической зоны у вершины трещины.

В пятой главе описан метод приготовления образцов, содержащих частицы микронного и субмикронного размера, для просвечивающей электронной микроскопии с помощью сфокусированного ионного пучка, представлены результаты исследований структуры и объемной доли дисперсных фаз в жаропрочных сплавах после отжига и испытаний на длительную прочность.

В шестой главе описан метод количественного фазового анализа дисперсных выделений в жаропрочных сплавах на основе дифференциации частиц по уровню контраста на изображении в режиме обратнорассеянных электронов, представлены результаты исследования фазового состава модельных сплавов и доказательства эффективности использования данного метода при оптимизации состава жаропрочных сплавов.

Основные выводы органично завершают диссертацию, выводы обоснованы и полностью отвечают задачам и результатам исследования.

Диссертация представляет собой цельную, завершенную работу; логично изложена с использованием современной научной терминологии. Впечатляет список публикаций результатов работы. Все наиболее важные результаты диссертации отражены в 53 печатных работах, 29 из которых опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК. Основное содержание диссертации, выводы и положения, выносимые на защиту, достаточно полно отражены в автореферате.

В качестве наиболее важных научных результатов работы, определяющих ее новизну, следует отметить следующие:

1. Метод выделения первичных аустенитных зерен в сталях мартенситного и бейнитного классов на карте ориентации кристаллической решетки, полученной автоматической регистрацией и анализом картин дифракции обратнорассеянных электронов. Оригинальность метода заключается в выделении диапазона углов разориентировки границ элементов микроструктуры, отличного от ожидаемых межвариантных разориентировок.
2. Оригинальное использование параметра средней разориентировки между соседними точками карты ориентировки кристаллической решетки в пределах одного зерна для идентификации различных микроструктурных составляющих в сталях феррито-бейнитного и бейнито-мартенситного классов. Такой подход открывает широкие возможности исследования микроструктурных изменений в разнообразных поликристаллических материалах в различных условиях, а анализ кинетики отпуска мартенситных сталей представленный в четвертой главе является одним из ярких примеров эффективности использования средней разориентировки по зерну для выделения различных структурных компонентов.
3. Метод количественного фазового анализа жаропрочных жаростойких железохромникелевых сплавов с использованием техники Z-контраста в сочетании с предварительным элементным и фазовым анализом, и полученные с его помощью распределения фазового состава по толщине стенки труб пиролизных установок, влияние длительной эксплуатации на фазовый состав.
4. Анализ структуры дисперсных выделений интерметаллидной G-фазы  $\text{Ni}_{16}\text{Nb}_6\text{Si}_7$ , ее сопряжение с аустенитной матрицей, температурный интервал существования и положительное влияние на жаропрочность.

Научные положения, выносимые на защиту, выводы и рекомендации, представленные в работе, обоснованы физически адекватной интерпретацией экспериментальных данных, качественным совпадением полученных результатов с данными, ранее опубликованными

другими исследователями по аналогичной тематике. Представленные в работе результаты признаны отечественной и зарубежной научной общественностью, прошли широкое обсуждение на 21 российской и международной научной конференции и опубликованы в 53 научных работах, 22 из которых изданы на английском языке в научных журналах, входящих в международную базу цитирования Web of Science.

Достоверность полученных результатов обеспечена их воспроизводимостью, использованием современных взаимодополняющих независимых методов исследования, применением верифицированных методик и поверенного оборудования. Новизна результатов работы подтверждается публикацией в высокорейтинговых реферируемых международных журналах, большим интересом со стороны научного сообщества: более 80 цитирований статей, опубликованных по результатам диссертации в последние 7 лет.

Теоретическая значимость результатов обоснована тем, что в диссертации доказана эффективность использования параметра средней разориентировки по зерну для количественной идентификации различных структурных составляющих низкоуглеродистых высокопрочных сталей и рекристаллизованной микроструктуры в аустенитных сплавах, изучена эволюция распределения межблочных разориентировок в процессе отпуска мартенситных сталей, выявлено поликристаллическое строение частиц карбидов ниобия и хрома, интерметаллидной G –фазы, установлен полиморфизм карбида ниобия. Значение полученных результатов исследования для практики подтверждается тем, что разработаны, аттестованы и внесены в Федеральный реестр методика рентгеноспектрального микроанализа и методика измерения объемной доли дисперсных выделений, аттестованы метрологической службой НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» и внедрены в практическую деятельность института методика определения размеров бывшего аустенитного зерна, методика определения объемной доли различных структурных форм альфа-железа, методика изготовления образцов для просвечивающей электронной микроскопии, количественный анализ морфологии и объемной плотности неметаллических включений в сталях и сплавах. С использованием данных 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 °С.

Небольшие замечания по диссертационной работе:

1. В работе приводятся значения плотности дислокаций в различных структурных составляющих высокопрочных сталей (стр. 157), однако методика определения плотности дислокаций не представлена.
2. Не вполне понятно, почему кривизна решетки в высоколегированной стали меньше. В представленном случае кривизна решетки определяется как средняя разориентировка в пределах зерна, которая в свою очередь должна зависеть от размера рек и разориентировки между ними.
3. В разделе 4.2 повышенная протяженность границ вариантов V4 сначала приводится как характеристика мартенсита (стр. 172), а уже в следующем абзаце относится к верхнему бейниту.
4. Не ясен механизм зарождения и роста новых кристаллов  $\alpha$ -железа определенной ориентировки или двойниково-связанных структурных элементов при высокотемпературном отпуске.
5. Не вполне корректно представлять границы блоков с разориентировкой  $60^\circ$  как границы рек (рис. 4.29).
6. При описании процесса трансформации G-фазы в карбид ниобия при  $1000^\circ\text{C}$  (раздел 5.2.2.4) не указано, когда сформировалась исходная G-фаза.
7. Исследование фазового состава жаропрочных сплавов следовало бы дополнить расчетными данными (например, из Thermo-Calc).

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертационной работы и ее научной и практической ценности. Диссертационная работа производит очень хорошее впечатление, и оригинальностью идей, и полнотой решения поставленных задач. Полученные новые научные результаты вносят весомый вклад в современное металловедение. Разработанные методики исследования микроструктуры сталей и сплавов могут быть использованы различными организациями при выполнении работ по разработке новых конструкционных материалов и технологий их производства, таких как ИФТТ РАН, ИМЕТ РАН, ИФМ УРО РАН, ЦНИИ КМ «Прометей», ЦНИИЧерМет, ВИАМ, ВИС и др.

Диссертация Петрова С.Н. на соискание ученой степени доктора технических наук является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержатся научно-обоснованные решения задачи получения достоверной, подробной, количественной информации о структурно-фазовом состоянии конструкционных сталей и сплавов для

обеспечения рационального подхода к созданию новых и модернизации существующих конструкционных материалов и технологий их производства, имеющей важное значение для развития отечественной металлургии и машиностроения, что соответствует специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней №842 от 24.09.2013 г., утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 (в редакции, утвержденной постановлением Правительства РФ от 01.10.2018 № 1168), а ее автор Петров Сергей Николаевич заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук.

Официальный оппонент: доктор физико-математических наук, Беляков Андрей Николаевич, ведущий научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»)

308015, г. Белгород, ул. Победы 85

Телефон: 4722-301211

Адрес эл. почты: Info@bsu.edu.ru

 (Беляков Андрей Николаевич)

16 февраля 2021 г.

Личную подпись  
удостоверяю  
Документы  
управления  
по развитию  
персонала и  
кадровой работе

Белякова А. Н.

Иван Иванович А. И.