

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» (НИУ «БелГУ»)



НИУ
БелГУ
BELGOROD STATE
UNIVERSITY (BSU)

Победы ул., д. 85, г. Белгород, 308015; e-mail: info@bsu.edu.ru,
тел.: (4722) 30-12-11, факс 30-10-12, Web: http://www.bsu.edu.ru
ОКПО 02079230, ОГРН 1023101664519, ИНН/КПП 3123035312/312301001

№ 0-1973 № 13.11.2020
от

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке НИУ «БелГУ»

Репников Н.И.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу **Костиной Валентины Сергеевны**
«Исследование и развитие технологических основ сварки
высокоазотистых коррозионностойких Cr-Ni-Mn-Mo аустенитных
сталей», представленную на соискание ученой степени кандидата
технических наук по специальности
05.16.01-«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность темы диссертационной работы

Разработка технологии сварки азотосодержащих аустенитных сталей в литом и горячекатаном состоянии как после высокотемпературного отжига с последующей закалкой, так и без такой окончательной термической обработки основного материала является актуальной задачей как с точки зрения практического применения, так и с научной точки зрения. Первое связано с тем, что сварка азотосодержащих аустенитных сталей представляет собой очень сложную технологию со многими технологическими know-how, которая далеко не всегда обеспечивает получение близкого к равнопрочному сварного соединения. Кроме того, сварка плавлением часто приводит к охрупчиванию сварного соединения, а введение в аргон азота при

использовании аргонно-дуговой сварки может приводить к пористости. Разработанные в рамках работы технологии сварки толстых и тонких горячекатаных листов, а также литой азотосодержащей аустенитной стали лишены этих недостатков и имеют перспективы промышленного применения. Во вторых, научные результаты, полученные при исследовании структуры, механических свойств и сопротивления коррозии имеют самостоятельное значение, причем не только для азотосодержащих сталей, но и для физического материаловедения аустенитных сталей.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав с формулировкой задачи исследования в первой главе и выводов по главам 3-5, общих выводов в количестве 8 штук и списка цитируемой литературы из 167 наименований. К работе приложена технологическая рекомендация ИМЕТ РАН и акт об использовании результатов диссертации от ЦНИИКМ «Прометей». Работа изложена на 181 странице, содержит 253 рисунка и 55 таблиц.

Во **введении** изложена проблема, на решение которой направлена диссертационная работа, обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, а также научная новизна, практическая значимость, приведены положения, выносимые на защиту. Представлены сведения о публикациях по результатам диссертации и апробации работы. Содержится информация о структуре и объеме диссертации.

Первая глава посвящена обзору литературных источников и технологических рекомендаций по азотосодержащим аустениным сталям и технологиям их сварки. Кратко сообщены научно-технические основы азотосодержащих аустенитных сталей, рассмотрены способы сварки плавлением. Рассмотрено понятие свариваемость применительно к этим материалам. Детально проанализированы проблемы, которые необходимо решить при разработке технологии сварки азотосодержащих сталей. Проведен подробный анализ возможных подходов к выбору способа аргонно-дуговой сварки, ее режимов, типов после сварочной обработки, а

также представлены имеющиеся присадочные материалы/сварочные проволоки. Рассмотрены требования к технологии сварки азотосодержащих аустенитных сталей, которые обеспечивают получение бездефектного шва с высокими механическими свойствами, а также его коррозионную стойкость. На основании проведенного обзора литературы сформулированы четыре требования к однородному сварному соединению из этих сталей, сделан вывод об использовании полуавтоматической аргонно-дуговой сварки в атмосфере инертного газа с расходуемым электродом (GMAW, MIG) для толстолистного горячекатаного проката и литой стали, а также лазерной сварки для тонколистового проката. Сформулированы задачи исследования.

Вторая глава содержит описание материала исследования и сварочных присадок с рассмотрением роли легирующих элементов в прочности и коррозионной стойкости азотосодержащих аустенитных сталей. Приведены методы термодинамического расчета растворимости азота, а также хромового и никелевого эквивалента, которые необходимы для оценки способности сварного шва сохранять структуру аустенита с высоким содержанием азота. Приведены марки всех материалов исследований, а также химические составы сварочных присадок. Сообщены режимы аргонно-дуговой сварки и лазерной сварки. Приведены методики структурных исследований, механических испытаний, ферритометрии, испытаний на общую и питтинговую коррозию, а также расчет фазового состава по программе Thermo-Calc.

Третья глава самая большая в диссертации. Она занимает 76 страниц и посвящена описанию результатов по разработке технологии аргонно-дуговой сварки толстолистного горячекатаного проката и литых заготовок из азотосодержащих аустенитных сталей. Кроме того, в ней приведены данные по сварке этих сталей методами ручной дуговой сварки с использованием плавящегося электрода (MIG) и ручной аргонодуговой сварки неплавящимся электродом (TIG). Наилучшие результаты дал первый вид (MIG) сварки. Приведены химические составы двух марок свариваемых

сталей и сварочных присадочных материалов. Показано, что MIG приводит к возникновению градиентов по Cr и Mn в сварном шве от величин соответствующих по химсоставу основному материалу в зоне термического воздействия (HAZ) до их величин, соответствующих по составу сварочной проволоке в центре шва. Термодинамические расчеты показали возможность ухода из сварного шва азота. Показано, в зоне термического воздействия (HAZ) существуют область крупных зерен, примыкающая к сварному шву, и область мелких зерен 0.5-1мм. Структура зоны сварного шва дендритная. В зоне сварного шва и в зоне термического воздействия обнаружено выделение крупных частиц χ -фазы ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}\text{C}$ ОЦК решеткой) и нитридов Cr_2N по границам аустенитных зерен по механизму непрерывного распада, а также карбидов M_{23}C_6 и, возможно карбидов M_6C размером около 100 мкм по границам аустенитным зерен, а также наночастиц χ -фазы (нитрид Cr) на дислокациях и малоугловых границах.

Особенностью ручной дуговой сварки с плавящимся электродом является более однородное распределение легирующих элементов в сварном шве. То есть, при сварке происходит выравнивание их распределения. Кроме того, не наблюдается формирования зоны мелких зерен в зоне термического воздействия (HAZ). Имеет место укрупнение аустенитных зерен вблизи зоны сплавления со стороны сварного шва. Изучение механических свойств на продольных и поперечных образцах показало, что удалось получить равнопрочное сварное соединение, которое определяется по временному сопротивлению разрушению. Причем не наблюдается охрупчивания. Показатель ударной вязкости остается на достаточно высоком уровне.

Показано, что сварка литейной высокоазотистой аустенитной стали по обычной технологии однократной зигзагообразной аргонно-дуговой сваркой с использованием сварочных присадок приводит к перегреву зоны термического воздействия и падению предела текучести, пластичности и ударной вязкости до таких величин, которые исключают эксплуатацию этой сварной детали в качестве конструкционного материала. Разработка

технологии ручной аргонно-дуговой сварки в атмосфере инертного газа, подразумевающая многослойное образование сварного шва, решило эту проблему за счет резкого уменьшения перегрева зоны термического влияния (HAZ). Кроме того, многократные термические циклы при сварке обеспечили существенное повышение однородности распределения легирующих элементов в зоне сварного шва. Испытания на растяжение подтвердили, что механические свойства сварного шва существенно превосходят свойства литого основного материала. Ударная вязкость остается на приемлемом уровне, хотя при $T = -70^{\circ}\text{C}$ можно говорить об охрупчивании для зоны термического воздействия (HAZ) для одного из трех типов сварочной проволоки. Выделение круглых частиц Cr_2N по механизму непрерывного распада и δ -феррита приводит к охрупчиванию, благодаря переходу от транскристаллитного механизма распространения трещины к межкристаллитному по границам крупных аустенитных зерен. Показатели сопротивления питтинговой коррозии остаются удовлетворительными. Можно сделать вывод, что разработана технология сварки азотосодержащей литой аустенитной стали, обеспечивающая высокий уровень механических свойств сварного соединения и удовлетворительную коррозионную стойкость.

Показано, что для сварки азотосодержащих аустенитных сталей многопроходная аргонно-дуговая сварка имеет неоспоримые преимущества по свойствам сварного соединения за счет уменьшения теплового потока. Это критически важно для структуры аустенита, поскольку предотвращает рост аустенитных зерен и образование на их границах крупных частиц χ -фазы ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}\text{C}$ ОЦК решеткой) и нитридов Cr_2N . Последнее может охрупчивать аустенитную сталь без развития прерывистого распада с образованием перлитоподобных колоний этих нитридов. Лучшие результаты по механическим свойствам дает X-образная разделка кромок сварного шва.

Четвертая глава описывает лазерную сварку без присадочной проволоки горячекатаной стали и литейной стали после

высокотемпературного отжига и последующей закалки. Показано, что возможно получение равнопрочного сварного соединения с меньшими величинами предела текучести, формирование квазиэвтектической структуры в результате быстрой кристаллизации. В зоне сварного соединения происходит небольшое уменьшение содержания Mn.

Пятая глава посвящена правке и снятию остаточных напряжений в сварных соединениях, которые образовались за счет воздействия термического цикла ручной дуговой сварки покрытыми электродами, что привело из-за большого теплового потока к короблению сварных конструкций. Большой тепловой поток приводит к образованию очень крупных аустенитных зерен в зоне термического воздействия (HAZ). Наилучшие значения дает правка сварного соединения при температурах 200°C и 600°C. Исходя из необходимости устранить остаточные напряжения, наилучшей температурой является 600°C.

Диссертация и автореферат оформлены в соответствии с действующими требованиями. Содержание текста автореферата соответствует и полностью отражает содержание диссертации.

К наиболее значимым результатам диссертации Костиной В.С., обуславливающими ее **научную новизну**, относятся:

1. Установление возможности получения бездефектных равнопрочных или близких к равнопрочным сварных соединений азотосодержащих аустенитных сталей при применении ручной или полуавтоматической аргонно-дуговой сварки в атмосфере инертного газа для толстых горячекатаных листов или плит, а также литого материала с удовлетворительным сопротивлением питтинговой коррозии.

2. Установление возможности получения бездефектных равнопрочных сварных соединений в азотосодержащих аустенитных сталях при применении лазерной сварки без присадочной проволоки для тонких горячекатаных листов, а также литого материала с удовлетворительным сопротивлением питтинговой коррозии.

3. Показано, что основным требованием к сварке азотосодержащих аустенитных сталей является небольшой тепловой поток, который не должен приводить к сильному росту аустенитных зерен в зоне термического воздействия с выделением крупных частиц χ -фазы ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}\text{C}$ ОЦК решеткой) и нитридов Cr_2N по механизму непрерывного распада в зоне термического воздействия (HAZ) вблизи зоны сплавления со стороны сварного шва, что ведет к охрупчиванию и питтинговой коррозии. Использование многослойной сварки обеспечивает выравнивание химического состава сварного шва и основного материала.

4. Показано, что возможно применение к сварным конструкциям из азотосодержащих аустенитных сталей механической правки при температуре 600°C , что обеспечивает не только устранение коробления, но и получение высоких свойств в сварном шве.

Основная **практическая ценность** диссертационной работы заключается в разработанных режимах сварки горячекатаных и литейных азотосодержащих аустенитных сталей, которые могут быть использованы в промышленном производстве и обеспечат высокие механические и коррозионные свойства сварных соединений.

Достоверность результатов данной диссертационной работы подтверждается комплексным использованием структурных исследований в сочетании с моделированием фазового состава материала по программе Thermo-Calc, механических испытаний, исследований коррозии сварных соединений. Исследования механических свойств и коррозионной стойкости были выполнены по стандартной методике.

Апробация и публикации основных положений работы

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на многочисленных российских и международных научных конференциях. По теме диссертации опубликовано 7 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК, в том числе 6 печатных работ, входящих в базы данных Web of Science (Core Collection)/Scopus.

Рекомендации по использованию материалов диссертации

Результаты выполненных исследований могут быть использованы в судостроении для производства немагнитных конструкций со средней прочностью. Также результаты работ будут использованы при разработке новых азотосодержащих аустенитных сталей и способов их сварки. Также результаты диссертации могут быть использованы для изменений технологии сварки обычных аустенитных сталей, к которым предъявляются требования по ударной вязкости при пониженных температурах.

Диссертация написана четким и понятным языком и в целом хорошо оформлена. В то же время к работе имеются замечания.

Замечания к работе:

1. Замечание общего порядка. Разделение на обзор литературы (глава 1), описание материала и методов исследований (глава 2) и результаты (главы 3) соблюдается не строго. Методическая глава 2 в разделе 2.1 содержит элементы обзора литературы; в разделе 2.2. содержится выбор способов и режимов сварки. Главы 3-5 содержат описание методики и материалов; в главе 3 значительная часть текста посвящена обсуждению литературных данных, структура этой главы не оптимальна, её логическое построение не очевидно, текст слишком сложный для восприятия, Диссертация содержит ряд мелких терминологических неточностей, например FSW не является сваркой трением (стр.10). Это другой вид сварки.

2. По прочтении раздела 3.1 не ясно, как соотносятся результаты структурных исследований сварных соединений с механическими свойствами и приведенными в конце этого раздела данными по исследованию коррозии из работы [86] (ссылка в диссертации).

3. Методологические замечания:

3.1 В диссертации для анализа и объяснения экспериментальных результатов работы (раздел 3.6., текст на стр.100) есть, соответственно, отсылки к закону Холла-Петча и эмпирической формуле расчета предела текучести на его основе. Однако это упрощенное рассмотрение вопроса, в

современной научной литературе развиты подходы к оценке предела текучести на основе *суперпозиции* механизмов упрочнения.

3.2 Желательно проводить исследования ударной вязкости по стандарту ASTM E-23, то есть с записью диаграммы нагружения. Для установления причин понижения ударной вязкости сварных соединений рекомендуется выполнение фрактографических исследований в 4-х зонах образца (зарождения трещины, её стабильного распространения; нестабильного; и торможения распространения трещины) в соответствии с ASM Handbook: Mechanical Testing and Evaluation. ASM International, vol. 8, 2000, p. 2235 и ASM Handbook, Fractography, ASM International, vol. 12, 1987, p. 857. На представленных рисунках видно, что охрупчивание связано с переходом от транскристаллитного механизма распространения трещины и интеркристаллитному. К сожалению, фрактография, представленная в работе, не позволяет сделать выводы о влиянии сварки на механизмы зарождения трещины. Те же самые замечания можно сделать по изучению излома образцов, испытанных на растяжение.

3.3 Список литературы не содержит последних статей, опубликованных в журналах из Q1 SJR, а также таких ключевых публикаций по аустенитным сталям, в том числе азотосодержащим как K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai, Recent developments in stainless steels, Materials Science and Engineering R 65 (2009) 39–104; V.G.Gavriljuk, H.Berns, High nitrogen steel: structure, properties, manufacture, applications, Springer, 1999, 378 p.

4. Ряд фактов в диссертации не имеет объяснения. В том числе:

- автор обнаружила очень интересный нитрид CrN, который на самом деле является метастабильной модификацией Z-фазы с кубической решеткой. К сожалению, причины присутствия метастабильной Z-фазы в изученных сталях остались не выясненными.

- не понятны причины низкого значения предела текучести сварных соединений азотосодержащих аустенитных сталей в таблице 4.2, полученных лазерной сваркой.

- не понятны причины развития первичной рекристаллизации в зоне термического влияния горячекатаной плиты с относительно невысокой плотностью дислокаций (стр.61-63 и рис.3.4).

5. Есть вопросы по технологии аргоно-дуговой сварки. Какие электроды были использованы для MMA сварки? Добавлялся ли азот в аргон при MIG сварке или нет? Может быть применялась MAG сварка? В тексте диссертации отсутствует сравнение использованных в работе методов сварки типа MMA, TIG и MIG. Ясно лишь, что MMA сварка не применима для азотосодержащих сталей из-за большого теплового потока. Какие преимущества имеет сварка с плавящимся электродом (MIG) по сравнению с неплавящимся вольфрамовым электродом (TIG) осталось непонятным.

6. Результаты диссертационной работы опубликованы в журналах имеющих, преимущественно, квартиль не выше третьего. Например, журнал Металлы (№№3 и 4 списка публикаций) входит в Q3SJR, информация о квартиле этого журнала в WOS отсутствует, а журнал Вопросы Материаловедения (№1) входит только в RSCIWOS. IOP conference series. Журнал Materials Science and Engineering (№5-7) не входит в квартильное разделение WOS и SJR.

7. Количество выводов можно было бы сократить, опустив выводы №1 и № 5 и объединив выводы №4 и №6.

Приведенные замечания имеют дополняющий, уточняющий характер и не снижают общего положительного впечатления от научной и практической значимости полученных результатов.

Заключение

Диссертация является завершенной научно-исследовательской работой, а полученные результаты полностью соответствуют поставленным целям и задачам и являются новыми, обоснованными и достоверными. По актуальности, достоверности, используемым экспериментальным методиками и методикам теоретических расчетов, научной новизне, практической ценности и значимости полученных результатов диссертация

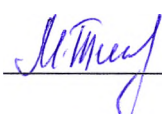
соответствует п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ и паспорта специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов». Автор работы – Костина В.С. заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Диссертационная работа Костиной Валентины Сергеевны рассмотрена и обсуждена на заседании кафедры Материаловедение и нанотехнологий НИУ «БелГУ». На заседании присутствовало 15 человек. Протокол №2 от 13 октября 2020 г.

Директор института материаловедения и
инновационных технологий НИУ «БелГУ»
д.ф.-м.н.


Кайбышев Р.О.

И.о. зав. кафедрой материаловедения и
нанотехнологий НИУ «БелГУ»
к.ф.-м.н.


Тихонова М.С.

Данные о ведущей организации:
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Белгородский государственный национальный
исследовательский университет» («НИУ БелГУ»), 308015, г. Белгород, ул.
Победы, д.85
тел. (4722) 30-12-11, эл. почта: Info@bsu.edu.ru