

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Лукина Евгения Игоревича

«Исследование и разработка никелевых и хромоникелевых сталей со структурой азотистого мартенсита для высоконагруженных изделий», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

### **Актуальность проблемы**

Развитие современной техники в таких отраслях как авиация, машиностроение, топливно-энергетический комплекс требует создания новых материалов, сочетающих высокие показатели прочности и коррозионной стойкости. Среди перспективных материалов, обеспечивающих высокий комплекс указанных характеристик, важное место занимают коррозионностойкие стали со структурой азотистого мартенсита, из которых наиболее широкое применение, в частности, для нагруженных деталей авиационной техники получила сталь 1X15H5AM3. Но даже эта сталь имеет прочность ( $\sigma_{0,2} < 1400$  МПа), недостаточную для многих деталей техники нового поколения. Кроме того, в этой стали высоко содержание дефицитного молибдена. Стали со структурой азотистого мартенсита могут найти применение и для корпусов вагонов пассажирских поездов, а также для конструкций криогенной техники. Важным условием обеспечения высокого комплекса свойств таких сталей является формирование мелкозернистой структуры азотистого мартенсита с заданным количеством аустенита, с высокой плотностью деформационных дефектов и дисперсными карбонитридными частицами, не содержащей зернограницных карбидов хрома  $Cr_{23}C_6$ ,  $\delta$ -феррита и  $\sigma$ -фазы, снижающих пластичность и коррозионную стойкость. Структура и свойства сталей со структурой азотистого мартенсита недостаточно изучены, поэтому сохраняются проблемы при разработке

оптимальных режимов термомодеформационной и/или термической обработки, обеспечивающих стабильность структуры и свойств таких сталей.

Сказанным определяется актуальность диссертационной работы Лукина Е.И., направленной на исследование и разработку никелевых и хромоникелевых сталей со структурой азотистого мартенсита для высоконагруженных изделий.

Цель работы заключается в установлении закономерностей формирования структуры и свойств в процессе нагрева, охлаждения и пластической деформации Fe-Ni-N и Fe-Cr-Ni-N мартенситных и мартенситно-аустенитных сплавов и разработке на этой основе новых сталей для высоконагруженных деталей и конструкций.

Для достижения поставленной цели автором были предложены решения целого комплекса взаимосвязанных задач, которые имеют большое научное и практическое значение. В частности, в работе были изучены фазовые превращения при нагреве, охлаждении и пластической деформации новых Ni-N и Cr-Ni-N сталей; исследовано влияние термической обработки и пластической деформации на структуру и свойства новых Ni-N и Cr-Ni-N сталей; исследованы технологические свойства проката и сварных соединений из новой стали 0X15АН4ФД, промышленной выплавки.

### **Анализ диссертации по главам**

**Первая глава** рассматриваемой работы представляет собой аналитический обзор российских и зарубежных литературных источников, посвященных структуре и свойствам азотосодержащих Cr-Ni и Ni сталей. Установлена перспективность их использования для изготовления высоконагруженных деталей и конструкций низкотемпературной техники. На основании проведенного анализа определены цель и задачи работы.

**Во второй главе** автором описаны материалы и методы исследования.

Дано обоснование выбора химического состава сталей на основе азотистого мартенсита, описаны технологические режимы их выплавки и

пластической деформации, изложены методы исследования, использованные в работе, включающие рентгеноструктурный анализ, микроструктурные исследования с использованием методов оптической и электронной микроскопии, дилатометрические исследования, механические и коррозионные испытания.

**Третья глава** диссертации посвящена исследованию влияния термической и термопластической обработок на структуру и свойства коррозионностойких азотосодержащих сталей для высоконагруженных деталей. Эти стали, легированные хромом и никелем, отличались более высоким содержанием углерода – от 0,09-0,40%, чем стали, описанные в главе 4, той же системы легирования, но содержащие не более 0,03% углерода. Очевидно, что это явилось причиной получения более высоких значений прочностных характеристик. Лучший комплекс механических свойств был получен на стали 20X15АНЗМД2.

Важно отметить, что для обоснованного выбора режимов термической обработки учитывали температуры фазовых превращений при нагреве и охлаждении, которые определяли по результатам дилатометрических исследований.

Весьма обоснованным представляется выбор оптимальной температуры закалки, которая определяет размер зерна и количество растворившихся избыточных фаз, содержание углерода и азота в  $\gamma$ -твердом растворе и температуру начала мартенситного превращения.

Максимальную прочность, при сохранении повышенной пластичности и ударной вязкости сталь имеет после закалки от 1000°C и последующего нагрева при 400°C – 2 час. Нагрев до указанной температуры закалки обеспечивает растворение карбонитридных фаз и, соответственно, наиболее высокое содержание углерода и азота в твердом растворе, при сохранении мелкозернистой структуры и при отсутствии  $\delta$ -феррита,  $\sigma$ -фазы и карбидов хрома типа  $M_{23}C_6$ . Показано, что с повышением температуры отпуска от 200 до 700°C в течение 2 часов уменьшается количество остаточного аустенита и

параметр кристаллической решетки  $\alpha$ -фазы. После отпуска при  $400^{\circ}\text{C}$  – 2 час. прочность стали повышается при незначительном снижении пластичности и ударной вязкости. Нагрев при температурах выше  $400^{\circ}\text{C}$  приводит к снижению механических свойств в результате коагуляции частиц карбонитридов.

Интересные результаты получены при исследовании влияния на структуру и свойства горячедеформированной стали режимов термодиформационной обработки, суть которых сводится к следующему. Дефектность структуры горячекатаного проката, влияющая на его свойства, обусловлена тремя основными факторами. Первый фактор связан с формированием деформационных дефектов аустенитной матрицы. Второй фактор – это то, что мартенсит не только наследует указанные деформационные дефекты матрицы, но к ним добавляются дефекты решетки, обусловленные мартенситным превращением при охлаждении стали после прокатки. Наконец, третий фактор относится к аустениту, который добавляет к субструктуре, сформированной прокаткой, фазовый наклеп при мартенситном превращении. Показано, что в случае прокатки при  $700-800^{\circ}\text{C}$  с обжатием 50-70% основной вклад в упрочнение дает аустенит, а при более высоких температурах и более низких величинах деформации – мартенсит.

С повышением температуры прокатки увеличиваются количество аустенита, а также параметры решетки мартенсита и аустенита в результате растворения в нем карбонитридов. При этом снижается прочность и возрастает пластичность и ударная вязкость, что связано с увеличением количества аустенита, снижением дефектности обеих фаз, увеличением размера зерна.

Показано, что по уровню прочности новая сталь 20Х15АНЗМД2 после прокатки, обработки холодом и последующего отпуска при  $400^{\circ}\text{C}$  – 2 часа значительно превосходит наиболее широко применяемую для напругенных изделий сталь 1Х15АН5МЗ, при меньшем содержании легирующих элементов.

## Четвертая глава посвящена исследованию влияния термической

обработки на структуру и свойства экономонотированных Cr-Ni-N

мартенситно-аустенитных сталей с пониженным содержанием углерода, не

содержащих молибдена. Закономерно прочностные характеристики таких сталей получены несколько ниже, чем сталей, рассмотренных в главе 3.

Отмечено, что в целом закономерности влияния термической обработки на структуру и свойства таких сталей аналогичны рассмотренным в главе 3. Оптимальная температура закалки, обеспечивающая высокую прочность, при удовлетворительной пластичности, составляет 1000 °С.

После отпуска при 400°С - 2 час. прочность стали, закаленной от 1000°С, возрастает за счет выделения дисперсной карбонитридной фазы.

Нагрев при 500, 600, 700 и 800°С приводит к разупрочнению исследованной стали, что связано с выделением и коагуляцией частиц карбонитридов. При этом увеличивается количество и уменьшается параметр кристаллической решетки  $\gamma$ -фазы. Увеличение количества аустенита при увеличении температуры нагрева выше 500 °С является основным отличием низкоуглеродистых сталей от сталей с более высоким содержанием углерода и связано с существенно более низкой температурой начала  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения при нагреве. Для стали с более высоким содержанием углерода количество аустенита с увеличением температуры нагрева количество аустенита уменьшается.

Показано, что после нагрева при 700-800°С сталь сохраняет повышенные значения механических свойств. Это позволяет прогнозировать высокие механические свойства сварных соединений.

Аргонно-дуговая сварка (АДС) с применением в качестве присадочного материала основного металла незначительно снижает пластичность сварного соединения, сохраняя его равнопрочность основному металлу.

Установлено, что сталь 0X15АН4ФД является слабо чувствительной к влиянию термического цикла сварки на рост зерна в зоне термического влияния.

Приведены результаты исследований, свидетельствующие о высокой технологичности (штампруемости), а также коррозионной стойкости стали 0X15АН4ФД.

Сравнительные испытания стали 0X15АН4ФД после закалки от 1000°C и стали 12X18Н10Т после закалки от 1050°C на стойкость против атмосферной коррозии, проведенные в 3-% водном растворе NaCl, показали низкую скорость коррозии азотосодержащей стали, примерно такую же, как у стали 12X18Н10Т.

После нагрева при 700°C относительно небольшое увеличение скорости коррозии связано с выделением нитридов хрома типа  $\text{Cr}_2\text{N}$  в стали 0X15АН4ФД и карбидов хрома типа  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  в стали 12X18Н10Т. Сварка стали 0X15АН4ФД по сравнению с основным металлом незначительно снижает коррозионную стойкость.

**В пятой главе** приведены результаты исследования технологической пластичности и влияния термической обработки и пластической деформации на структуру и свойства низкоуглеродистой стали 04Н9Х2А со сверхравновесным содержанием азота.

Показано, что исследованная сталь имеет высокую технологическую пластичность при ограничении температур горячей прокатки – не более 900 °C и суммарной степени деформации – не более 80%.

Лучшее сочетание прочности пластичности и ударной вязкости обеспечивается после закалки от 850°C и отпуска при 550 и 600°C в течение 1 часа, что связано с формированием мелкозернистой структуры мартенсита и остаточного аустенита (~10%) с небольшим количеством нитридных частиц. По уровню прочности азотистая сталь 04Н9Х2А превосходит углеродистую сталь 0Н9, применяющуюся в криогенной технике.

### **Научная новизна диссертационной работы**

Научная новизна работы состоит в обосновании химического состава и характеристик структурного состояния, обеспечивающих наиболее высокий комплекс свойств трех типов сталей со структурой азотистого мартенсита. Помимо взятого за основу принципа формирования структуры с азотистым мартенситом, не содержащей  $\delta$ -феррита,  $\sigma$ -фазы и зернограничных карбидов типа  $\text{Me}_{23}\text{C}_6$ , показана

целесообразность получения мелкозернистой структуры, определенного количества аустенита, а также дисперсных карбонитридных частиц.

Научно обоснованы также режимы термомеханической и термической обработки исследованных сталей, позволяющие получать различное сочетание свойств. Так, лучшее сочетание прочности и пластичности достигается в стали 20X15АНЗМД2 после горячей прокатки, обработки холодом и отпуска при 400°C. В процессе такой обработки формируется мелкозернистая (10-15 мкм) структура, состоящая из пакетного мартенсита (~70%), аустенита (~30%) и дисперсных карбонитридных частиц. Выявлен механизм формирования высокопрочного состояния стали 20X15АНЗМД2 в процессе горячей прокатки.

Установлены закономерности формирования структуры и свойств новой экономнолегированной стали 0X15АН4ФД в зависимости от режимов термической обработки. Сталь после закалки от 1000°C и отпуска при 400°C обладает высоким уровнем механических и технологических свойств.

Впервые изучены закономерности изменения структуры и свойств стали 04Н9Х2А со сверхравновесным содержанием азота в зависимости от режимов термопластической обработки. Методом электронной микроскопии выявлены особенности структуры пакетного частично сдвойникового мартенсита в стали после закалки от 850-1000°C, а после отпуска при 500°C- дисперсные частицы CrN.

### **Достоверность основных результатов и выводов**

Достоверность и обоснованность основных научных результатов и выводов обусловлены воспроизводимостью и согласованностью полученных данных, большим объемом экспериментальных исследований, проведенных на современном оборудовании при использовании современных методов экспериментальных исследований структуры металлов: оптической металлографии, электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, механических испытаний и других методов.

Выводы соответствуют поставленным задачам исследования.

## **Практическая значимость работы**

Практическая значимость заключается в развитии основ создания новых Ni-N сталей с высокими механическими свойствами при комнатной и криогенной температурах.

На основании систематических исследований влияния термической и термопластической обработок на структуру и свойства Ni-N, Cr-Ni-N сталей разработаны новые высокопрочные стали 20X15АНЗМД2 (патент РФ № 2576773), 0X15АН4ФД (решение о выдаче патента от 02.02.2016, заявка №2015111271), 04Н9Х2А (патент РФ №2516187), и режимы их термопластической и термической обработки для формирования высокопрочного состояния.

На заводе «Электросталь» и в ГНЦ РФ ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» изготовлены из сталей 20X15АНЗМД2 и 0X15АН4ФД опытные партии кованных прутков и горячекатаного листа 2-14 мм.

## **Оценка содержания и оформления диссертационной работы**

Рассмотренная диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, основных результатов и выводов, списка литературы. Содержание автореферата достаточно полно и точно отражает содержание и результаты диссертации. Основные положения диссертации отражены в двенадцати печатных работах, три из которых опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Оформление работы в целом хорошее, стиль изложения четкий.

## **Замечания по работе**

На основании рассмотрения диссертационной работы можно сделать следующие замечания:

1. В автореферате диссертации не приведены данные о начале обратного  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения для стали 05X15АНФД, в то время как можно предположить, что именно низкая температура начала данного превращения является причиной экстремальной зависимости доли аустенита от температуры нагрева

при отпуске данной стали, в отличие от стали с более высоким содержанием углерода.

2. В работе отсутствуют данные о выделении карбонитрида ванадия, рассмотрены только выделения карбонитрида хрома, тогда как присутствие в стали 05X15АНФД ванадия в указанных количествах должно приводить и к выделению частиц  $V(C,N)$ , также влияющих на свойства.

3. В работе нет сравнительного анализа структурных особенностей азотистого мартенсита для трех исследованных типов сталей, хотя сами структуры описаны достаточно подробно. Проведение такого анализа позволило бы уточнить требования к характеристикам азотистого мартенсита в зависимости от назначения металлопродукции.

4. При выборе химического состава сталей для исследования не использовали метод математического планирования эксперимента, что не позволило построить регрессионные модели влияния химического состава на свойства и более точно установить механизмы формирования структуры и свойств сталей, в зависимости от их химического состава.

5. В таблице 4.2 диссертации не указано, при какой температуре определяли ударную вязкость КСУ.

Сделанные замечания не снижают положительной оценки работы, так как не затрагивают ее основные положения и выводы.

### **Заключение**

В целом, диссертационная работа Лукина Евгения Игоревича «Исследование и разработка никелевых и хромоникелевых сталей со структурой азотистого мартенсита для высоконагруженных изделий» является законченной научно-квалификационной работой в области металловедения, в которой решена задача по разработке никелевых и хромоникелевых сталей со структурой азотистого мартенсита для высоконагруженных изделий.

В совокупности следует заключить, что диссертационная работа Е.И. Лукина по своему теоретическому, методическому и экспериментальному

уровню, объему работы, актуальности, научной новизне, теоретической и практической значимости полученных результатов полностью удовлетворяет всем требованиям п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней (Постановление Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842), а ее автор, безусловно, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallorv i splavov.

Официальный оппонент:

Родионова Ирина Гавриловна,  
доктор технических наук по специальности 05.16.01 –  
Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallorv i splavov, старший научный сотрудник, заместитель  
директора Центра физической химии, материаловедения,  
биметаллов и специальных видов коррозии (ЦФМК) ФГУП  
«ЦНИИчермет имени И.П. Бардина».  
Почтовый адрес: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2.  
Телефон: (495) 777-93-33; 8-985-922-94-20  
E-mail: [igrodi@mail.ru](mailto:igrodi@mail.ru)

  
\_\_\_\_\_  
Подпись

/И.Г. Родионова/

Подпись И.Г. Родионовой заверяю  
Ученый секретарь  
ФГУП «ЦНИИчермет имени И.П. Бардина»  
Кандидат технических наук

  
\_\_\_\_\_  
Подпись



«18» мая 2016 г.

Т.П. Москвина/

«18» мая 2016 г.