

ОТЗЫВ

Официального оппонента на диссертационную работу **Рыбальченко Ольги Владиславовны** «Влияние интенсивной пластической деформации на структуру, механические и служебные свойства стали 08Х18Н10Т», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность темы диссертации. Аустенитные коррозионностойкие стали нашли широкое применение в качестве конструкционного материала в различных отраслях, в том числе реакторном машиностроении, в медицине, в которых востребовано обладание ими различных характеристик: статических и циклических механических, радиационных, коррозионных и др. В настоящее время возникают задачи одновременного повышения как механических, так и функциональных свойств сталей. Одним из перспективных направлений является их обработка в условиях интенсивной пластической деформации (ИПД) для получения ультрамелкозернистой (УМЗ) (nano- и субмикрокристаллической) структуры. Следует подчеркнуть, что ИПД применительно к сталям пока еще не в достаточной степени исследована. Из-за меньшей их стоимости, чем, например, медных, титановых сплавов, а также достаточно большого выбора легированных сталей с разнообразными характеристиками требуется серьезная мотивация, чтобы проводить, очевидно, удорожающую их стоимость обработку. Хотя в ряде работ надежно установлена возможность формирования в аустенитных сталях УМЗ структуры методами ИПД, тем не менее систематических исследований в направлении изучения структурообразования, влияния на него различных структурных факторов, таких как исходная микроструктура, фазовый состав, условий деформаций и отжига, оценки в комплексе не только механических, но и функциональных характеристик было недостаточно. В связи с этим результаты исследований, представленные в настоящей диссертационной работе и направленные на изучение влияния ультрамелкозернистой структуры, полученной деформационно-термическими обработками, включающими методы ИПД, на комплекс механических и функциональных свойств аустенитной коррозионной стали 08Х18Н10Т представляются вполне своевременными, важными и актуальными, как с научной, так и практической точки зрения.

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации основана на применении взаимодополняющих современных аналитических методов исследований структуры: дифракционная просвечивающая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, сканирующая электронная микроскопия с применением метода дифракции обратно отраженных электронов, оптическая микроскопия, механические испытания. 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 механических свойствах сплавов 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. Структура диссертационной работы соответствует рекомендациям ВАК. Работа включает введение, шесть глав, общие выводы, список цитируемой литературы из 170 наименований. Объем диссертации составляет 167 страниц, 72 рисунка и 18 таблиц.

Во **введении** обоснована актуальность диссертационной работы, сформулированы цель, научная и практическая значимость, приводятся положения, выносимые на защиту. Автор сформулировала цель работы как выявление возможных механизмов управления структурным (состояние границ зерен и их размер) и фазовым (аустенит, мартенсит, феррит, специальные карбиды) состоянием при интенсивной пластической деформации для одновременного повышения прочностных, усталостных свойств и радиационной стойкости аустенитных сталей типа 08Х18Н10Т. Для ее решения был сформулирован ряд задач исследования. Автор сконцентрировалась на изучении закономерностей структурообразования в процессе ИПД по различным схемам нагружения и последующих нагревах при комнатной температуре и последующем нагреве, с определением вклада различных структурных факторов, таких как типа кристаллической решетки, фазовых превращений и увеличения доли зернограничных поверхностей в упрочнение и термостабильность стали, возможности получения в стали 08Х18Н10Т нано- и субмикрокристаллической структуры в полностью аустенитном состоянии в ходе кручения под давлением (КГД) при различных температурах, определении деформационных режимов формирования УМЗ структуры в ходе РКУП, его влияния при разных температурах обработки и последующего нагрева на прочность стали 08Х18Н10Т при статическом и циклическом нагружении, установлении структурно-фазовых превращений в ходе циклического деформирования образцов после РКУП, исследовании влияния нейтронного облучения на микроструктуру, механические и коррозионные свойства УМЗ стали 08Х18Н10Т.

В **первой** главе сделан достаточно подробный обзор научно-технической литературы по теме диссертационной работы. В литературном обзоре детально описаны методы интенсивной пластической деформации, процессы структурообразования металлических материалов в ходе ИПД, в том числе аустенитных сталей. Уделено внимание влиянию ИПД на механические и усталостные характеристики, а так же влиянию облучения на УМЗ структуру и свойства аустенитных сталей. Автор использовала в аналитическом обзоре практически все известные к моменту представления диссертации литературные источники, за исключением весьма важной для выполняемой работы монографии: **Сагарадзе В.В., Уваров А.И.** С Упрочнение и свойства аустенитных сталей. Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013. – 720 с. Хотя справедливо отметить наличие ссылок на некоторые работы этих авторов.

В **главе 2** отражены составы и состояния исследуемых сталей, используемые в работе методики их обработки и структурных исследований. Для изучения влияния легирования и типа кристаллической решетки на упрочнение и термостабильность использовали помимо стали 08Х18Н10Т также аустенитную сталь 05Х15Н9Д2ТАМФ ферритную сталь

08Х18Т1 и армко-железо. Для исследования автором привлечены различные взаимодополняющие методики изучения структуры.

В **третьей** главе исследована эволюция структуры, фазового состава и свойств аустенитной стали 08Х18Н10Т, в процессе кручения под гидростатическим давлением (КГД). На примере аустенитных сталей 08Х18Н10Т и 05Х15Н9Д2ТАМФ, а также ферритной сталь 08Х18Т1 и армко-железа изучено влияние легирования, типа кристаллической решетки, фазовых превращений и наличия частично субзеренной структуры сплавов на основе железа на упрочнение и термостабильность после КГД. Исследована возможность получения УМЗ структуры после КГД в полностью аустенитном состоянии. На основании полученных результатов анализируется влияние типа кристаллической решетки, фазовых превращений и увеличения доли зернограницых поверхностей в упрочнение и термостабильность стали, а также приведены данные о формировании в стали 08Х18Н10Т наноструктуры в полностью аустенитном состоянии в ходе КГД. Так как режим комнатной температуры приводил, как и ожидалось, к образованию полностью мартенситной фазы, то автором предложен был режим с постепенным снижением температуры деформации до комнатной, который привел к образованию чисто аустенитной наноструктуры. Это позволило впервые выявить механические свойства стали в этом состоянии, которые характеризовались высокой прочностью и невысокой пластичностью. К достоинствам этой главы следует отнести количественные зависимости фазового состава от степени деформации для обеих исследованных аустенитных сталей. Особенности их структурного состояния позволяют говорить о возможности получения в ходе такой обработки двухфазных аустенито-martensитных сталей.

В **четвертой** главе представлено изучение структурно-фазового состояния и механических свойств стали после РКУП и последующего отжига. Исследованы механизмы формирования структуры при РКУП и последующем нагреве деформированной стали. РКУП при комнатной температуре приводила к образованию частично мартенситной структуры. Автор предположила, что различие с КГД связано с разницей в приложенных давлениях. Интерес представляют результаты исследования развития обратного мартенситного превращения при нагреве. Выявлен температурный диапазон, в котором оно протекает наиболее интенсивно. С учетом этого факта определен режим отжига образцов для получения преимущественно аустенитной структуры. Показано, что не соблюдение оптимальной температуры отжига может приводить к образованию сигма фазы и охрупчиванию стали.

В **пятой главе** изучено влияние ИПД на усталостную прочность стали 08Х18Н10Т. Рассмотрены процессы структурно-фазовых превращений в ходе РКУП и последующей циклической обработки. Выявлено влияние размеров структурных элементов, доли специальных границ, мартенситного превращения и изменения доли большеугловых границ на прочность стали при статическом и циклическом нагружении. Установлено значительное повышение усталостной прочности после РКУП. Причины такого поведения недостаточно ясны, а структурные и фазовые превращения в процессе циклических испытаний не исследовались. Автором с привлечением различных структурных методов исследованы закономерности структурных и фазовых превращений в ходе циклической

деформации. Выявлены процессы механического двойникования, динамического возврата, начальных стадий динамической рекристаллизации и частичного мартенситного превращения. Показано, что для получения наибольшего значения предела выносливости 650 МПа важна не только большая плотность двойников отжига в рекристаллизованной преимущественно аустенитной матрице, но и развитие механического двойникования и мартенситного превращения в ходе циклической деформации.

Шестая глава посвящена изучению влияния нейтронного облучения на УМЗ структуру стали 08Х18Н10Т, а также на ее механические и коррозионные свойства. Автор в этой главе преследовал, прежде всего, цель обнаружить изменение структурно-фазового состояния стали и свойств после облучения нейтронами. Показано, что облучение слабо влияет на структуру КГД стали, что, по-видимому, связано с интенсивным стеканием радиационных дефектов в границы структурных элементов. Интересны результаты исследования структуры стали после отжига, который слабо влияет на размер структурных элементов, но приводит к образованию карбидов и фазовому превращению мартенсита в аустенит. Показано, что в этом случае размеры отдельных зерен увеличились, образовались вторичные выделения карбидов и двойники отжига. Исследование коррозионной стойкости стали показало, что облучение, как и КГД, в том числе и с отжигом, ведут к росту скорости коррозии. Важно, что вплоть до определенной, имеющей практическое значение, величины флюенса прочностные свойства сохраняются практически равными исходным.

В **заключение** приведены **основные результаты и выводы** диссертационной работы.

Значимость работы для науки и практики. Проведенное исследование влияния интенсивной пластической деформации на структуру, механические и служебные свойства стали 08Х18Н10Т позволяет выделить следующие результаты:

- разработанные в ходе исследований режимы РКУП стали 08Х18Н10Т для одновременного повышения статической и усталостной прочности. В результате чего предел усталости стали 08Х18Н10Т удалось повысить до 650 МПа, что в более чем в 2 раза превосходит предел усталости стали в исходном состоянии.
- научно обоснованные режимы для получения полностью аустенитного состояния стали 08Х18Н10Т в ходе КГД в УМЗ состоянии, позволившие получить высокий комплекс механических свойств (предел текучести 1640-1820 МПа при удлинении 6-10 %), которые в дальнейшем могут быть использованы для создания процессов производства изделий с УМЗ структурой, обеспечивающей заданный уровень свойств.

Практическая значимость работы не вызывает сомнений, так как в дальнейшем предложенные методы обработки могут быть использованы при изготовлении небольших изделий простой формы для применения в медицине, и в качестве деталей микромеханических систем.

Считаю, что основную **научную новизну** представленной работы составляют следующие **положения**:

1. Возможность понижения температуры образования мартенсита деформации путем последовательного уменьшения размера зерна при ступенчатом понижении температуры деформации $450 \rightarrow 300 \rightarrow 20$ °С при КГД для получения преимущественно аустенитной наноструктуры.
2. Выявление процессов структурообразования в стали 08Х18Н10Т в ходе циклической деформации, ответственных за повышение усталостной прочности при испытании на многоцикловую усталость.
3. Значительное повышение предела усталости за счет полученного научно-обоснованного режима обработки стали 08Х18Н10Т.
4. Отсутствие дефектов радиационного происхождения в наноструктурной стали 08Х18Н10Т после КГД с сохранением прочностных свойств материала после облучения.

После каждой из глав результатов работы представлены частные выводы, которые полностью отражают их сущность. Заключение и общие выводы 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 завершенную работу в целом. Основные результаты работы опубликованы в научных изданиях, причем 7 статей были опубликованы в журналах, рекомендованных для публикации ВАК. Результаты представлялись на 16 научных конференциях и семинарах апробация. По качеству оформления, языку и стилю автореферата и диссертации, а также некоторым результатам имеются **замечания**:

По диссертации:

1. В цели работы автор предлагает обосновать механизмы управления структурным (состояние границ зерен и их размер) и фазовым (аустенит, мартенсит, феррит, специальные карбиды) состоянием интенсивной пластической деформацией для одновременного повышения прочностных, усталостных свойств и радиационной стойкости аустенитных сталей типа 08Х18Н10Т. Между тем такие механизмы управления в работе не представлены.
2. В методике (стр. 47) указано, что минимальный шаг сканирования при EBSD 40 нм. Между тем на стр. 55 диссертации и стр. 10 автореферата указано, что были измерены структурные элементы с размером 30 нм. С использованием какого метода были получены эти результаты?
3. Стр. 79 диссертации. Изменение механических характеристик в стали после КГД по различным температурным режимам автором не связано с фазовым составом образцов. Однако, судя по наклону кривых на диаграммах растяжения, модуль упругости образцов в разных состояниях существенно различается. Это связано с изменением фазового состава?
4. Стр. 85. РКУП при комнатной температуре приводило к образованию частично мартенситной структуры. Автор предположила, что различие с КГД связано с разницей в приложенных давлениях, а между тем возможно влияние повышения

- температуры образца, вследствие тепловыделения в ходе деформации. Были ли проведены оценки с учетом фактора тепловыделения?
5. Ни в методике, ни в главах описания результатов с РКУП образцами не приведено, в каких сечениях были вырезаны образцы? Поэтому из текста описания результатов не ясно, связано ли формирование ориентированной структуры с направлением сдвига при РКУП? Если так, то как изменялась структура в разных сечениях?
 6. Стр.111. Диссертантом используется термин интенсивное динамическое двойникование. При этом каких-либо данных о интенсивности двойникования не приводится. Не обосновывается также термин динамическое. Чем он отличается от механического двойникования?

По автореферату:

1. Стр.3. Механические, физические, функциональные свойства. Функциональные могут быть физическими.
2. Стр.3. 2 ой абзац - Стиль: Эффективным путем получения является использование.....
3. Стр.4, задача 1: ..вклад типа кристаллической решетки..... Как тип кристаллической решетки может давать вклад?
4. Стр. 12. Развитие текстуры в аустенитной стали не связано с формированием нанокристаллической структуры??? Вероятно имелось ввиду, что тип текстуры практически не изменяется??

Однако, сделанные замечания не изменяют общей безусловно положительной оценки результатов диссертационной работы и не снижают ее научной и практической ценности. Диссертация Рыбальченко О.В. представляет собой законченное исследование, которое характеризуется обоснованностью вынесенных на защиту научных положений, а также выводов и предложений по практическому использованию. Автореферат соответствует тексту диссертации. Материалы диссертации полностью отражены в 7 статьях, опубликованных в рецензируемых зарубежных и российских научных журналах, рекомендованных ВАК. Результаты работы докладывались на международных и российских конференциях. Следует также отметить, что 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, терромагнитных, радиационных, акустических и других воздействий изменения структурного состояния и свойств металлов и сплавов; 6) разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов объемной и поверхностной термической, химико-термической, термомеханической и других видов обработок, связанных с термическим

воздействием, а также специализированного оборудования; 8) исследование работоспособности металлов и сплавов в различных условиях, выбор и рекомендация наиболее экономичных и надежных металлических материалов для конкретных технических назначений с целью сокращения металлоемкости, увеличения ресурса работы, повышения уровня заданных физических и химических характеристик деталей машин, механизмов, приборов и конструкций.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ:

Диссертация Рыбальченко О.В. 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: установление закономерностей структурообразования в аустенитной стали в процессе ИПД и последующем нагреве, нахождении на этой основе оптимальных условий ИПД для формирования повышенного уровня механических характеристик и радиационной стойкости и разработке рекомендаций для их практического использования, а автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент

Геннадий Алексеевич Салищев, д. т. н., профессор.

Руководитель лаборатории объемныхnanoструктурных материалов Белгородского государственного национального исследовательского университета.
Почтовый адрес: 308015, г. Белгород, ул. Победы 85; тел.: +7(4722)585416; Эл.почта:
salishchev@bsu.edu.ru

Г.А. Салищев

1.12. 2014

Подпись Г.А. Салищева удостоверяю:

