

УТВЕРЖДАЮ

ФГБУН Института машиностроения
доп

директор
ФОРАН
ских наук
Смирнов
2017 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу Меркушкина Евгения Анатольевича

«ВЗАИМОСВЯЗЬ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ АУСТЕНИТНЫХ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ СТАЛЕЙ С КОРРОЗИОННЫМИ И МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертационная работа Меркушкина Е.А. посвящена исследованию влияния химического состава и структуры на коррозионные и механические свойства азотсодержащих сталей и обоснованию на этой основе составов и режимов комбинированной упрочняющей обработки, обеспечивающих повышенные характеристики прочности, пластичности и сопротивления коррозионному разрушению поверхности сталей.

Актуальность темы диссертации

Неослабевающий интерес к аустенитным коррозионностойким сталям (АКСС) с высоким содержанием азота обусловлен возможностью получения у данного класса сталей при полной замене никеля марганцем целого комплекса улучшенных механических характеристик (одновременно высокие значения прочности, пластичности и коэффициента упрочнения) и повышенной устойчивости к мартенситным превращениям, что обеспечивает сохранение немагнитного состояния в условиях эксплуатации. Указанные стали рассматриваются также в качестве материала, способного противостоять различным видам коррозии (общей, точечной, щелевой). Однако известной проблемой для аустенитных коррозионностойких сталей является их склонность к питтинговой коррозии

в хлоридсодержащих водных растворах. И если в отношении азота установлено положительное влияние на сопротивление этому виду локальной коррозии, то роль других легирующих элементов, присутствующих в сталях аустенитного класса, пока не обоснована в должной мере. Аустенитные высокохромистые стали с повышенным содержанием азота используются, в частности, при производстве бандажных колец турбогенераторов высокой мощности с водяным охлаждением, где проблемы обеспечения хороших механических характеристик в сочетании с коррозионной стойкостью стоят особенно остро. Поэтому тема диссертационной работы Меркушкина Е.А., посвященная углубленному изучению закономерностей питтингообразования и формирования механических свойств азотистых сталей в зависимости от их структурного состояния, является безусловно **актуальной и практически значимой**.

По результатам анализа актуальных направлений исследований Меркушкиным Е.А. сформулирована **цель диссертационной работы**: исследование взаимосвязи химического состава и структуры со свойствами азотсодержащих сталей и оптимизация состава и режимов комбинированной упрочняющей обработки, позволяющих получить комплекс высоких физико-механических и коррозионных свойств.

Для достижения указанной цели решались частные **задачи**, связанные с электрохимическими исследованиями промышленных АКСС разного химического состава с 0,035–0,82 мас. % азота, проведением множественного регрессионного анализа результатов электрохимических исследований, комплексными структурными исследованиями, изучением особенностей формирования наноструктуры в стали 06X18AG19M2 при равноканальном угловом прессовании (РКУП) и влияния РКУП на питтингостойкость, механические свойства и КРН высокоазотистой аустенитной стали 06X18AG19M2, а также с оптимизацией упрочняющей обработки указанной стали.

Структура диссертации и ее основное содержание

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы из 128 источников и приложения (акта внедрения результатов исследования).

Во введении обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, рассмотрена степень ее разработанности, сформулированы цель и задачи работы, научная новизна и практическая значимость полученных результатов, методология и методы исследования, основные положения, выносимые на защиту, отмечен личный вклад автора, обоснована достоверность полученных результатов, указаны конференции и семинары, на которых докладывались материалы работы.

В первой главе дан краткий литературный обзор данных по принципам

легирования и особенностям структуры, механических свойств и коррозионной стойкости АКСС и высокоазотистых (ВАС) сталей. Рассмотрены гипотезы, объясняющие положительное влияние азота на локальную коррозию сталей, а также области применения и перспективы использования ВАС.

Во второй главе описаны использованные материалы (16 высокохромистых сталей), методики исследования структуры, фазового состава, коррозионных и механических свойств.

В третьей главе представлены результаты исследования питтингостойкости аустенитных сталей с различным содержанием азота (0,035-0,82 %) на основе экспериментального построения кривых потенциодинамической поляризации, по которым были определены значения потенциала свободной коррозии (E_{cor}), граничных потенциалов ПК (E_b и E_{rp}) и базисов питтингостойкости (ΔE_{rp} и ΔE_b). Выявлено влияние концентраций Мо и Мп, а также наиболее значимая роль элементов внедрения в сопротивлении питтинговой коррозии. Показано, что для получения более высоких коррозионных свойств суммарное содержание (С+N) должно превышать 0,5% при их соотношении $C/N < 1/2$. Проведен также множественный регрессионный анализ результатов электрохимических исследований, который предложено использовать для оценки степени влияния легирующих элементов и прогнозирования питтингостойкости АКСС в широком интервале легирования азотом.

В четвертой главе на примере стали 06X18AG19M2 рассмотрено влияние термических обработок на питтингостойкость ВАС. Установлено, что максимальной питтингостойкостью в растворе искусственной морской воды сталь обладает после закалки от повышенных температур (1050–1150°C) и закалки с последующим старением при 500°C, когда структура стали состоит из аустенита и изоморфных матрице наноразмерных нитридов. Выделение при температурах 750–800°C нитрида Mo_2N , σ - и χ -фаз приводит к снижению питтингостойкости стали.

В пятой главе исследовано влияние мегапластической деформации (МПД) методом РКУП на электрохимические параметры питтинговой коррозии стали 06X18AG19M2. Показано, что РКУП не приводит к появлению мартенсита деформации, но вызывает деформационное растворение нитридной фазы и интенсивное двойникование аустенита, обуславливающее наноструктурирование стали. С повышением степени деформации при РКУП потенциал питтингообразования стали 06X18AG19M2 снижается, однако сохраняется на более высоких уровнях, чем у закаленной стали 09X18H10T.

В шестой главе изучено влияние коррозионной среды (3,5% раствор NaCl) на механические свойства при испытании на изгиб стали 06X18AG19M2 после термических

обработок (закалка, старение) и РКУП. На основании относительно небольшого понижения прочности при сохранении высокой пластичности и вязкого ямочного характера разрушения при переходе от воздушной к коррозионной среде испытаний сделано заключение, что исследованная сталь не подвержена КРН. Деформационная обработка РКУП обуславливает резкий (в 2,5-3,5 раз) рост прочности стали при испытаниях как в воздушной, так и в коррозионной среде при пятикратном снижении пластичности, при этом разрушение в коррозионной среде и на воздухе происходит по механизму квазискола.

Научная новизна диссертационной работы

В диссертационной работе получен ряд оригинальных научных результатов, важных для дальнейшего развития металловедения сплавов и, в частности, аустенитных коррозионностойких азотсодержащих высокопрочных сталей. К наиболее важным новым научным результатам относятся:

1. Установленные предельные соотношения концентраций углерода и азота в аустенитных коррозионностойких сталях ($(C+N) > 0,5 \%$, $C/N > 1/2$), при которых повышается сопротивление питтинговой коррозии.

2. Выявленная роль структурных факторов в обеспечении питтингостойкости высокоазотистой стали 06X18AG19M2: структура аустенита с нанодисперсными нитридами CrN повышает, а выделения легированного хромом нитрида молибдена, σ -, χ -фаз и/или формирование неоднородности химического состава после их растворения, напротив, снижают коррозионные свойства.

3. Установленный механизм наноструктурирования стали 06X18AG19M2 при РКУП – преимущественно за счет образования деформационных двойников наноразмерного масштаба.

4. Выявленное в результате РКУП повышение прочности при испытаниях на изгиб на воздухе и в коррозионной среде без склонности к КРН, а также сохранение более высоких, чем у стали 09X18H10T, параметров питтинговой коррозии, несмотря на их снижение по мере увеличения деформации РКУП.

Практическая значимость диссертационной работы

Установленные в диссертационной работе Меркушкина Е.А. закономерности структурообразования и формирования коррозионных и механических свойств сталей были использованы для разработки режима упрочняющей обработки высокоазотистой аустенитной стали 06X18AG19M2 (закалка от 1100–1150°C и старение при 500°C),

применяемой для бандажных колец турбогенератора на предприятии ОАО «Уралэнергоремонт». Этим достигается рост эксплуатационной стойкости изделий на 30%.

Рекомендации по использованию результатов диссертации

Полученные в работе результаты могут быть использованы в институтах и исследовательских центрах: ФГАОУВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва; ФГУП «ЦНИИ КМ "Прометей"», г. Санкт-Петербург; ФГБУН Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН, г. Москва; ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН и ФГБУН Институт машиноведения УрО РАН, г. Екатеринбург, а также на предприятии ОАО "УРАЛЭНЕРГОРЕМОНТ", г. Екатеринбург и металлургических предприятиях Российской Федерации.

Достоверность полученных результатов

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации основана на применении таких взаимодополняющих современных аналитических методов исследований структуры как просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия с методикой дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), рентгеноструктурный анализ и оптическая микроскопия с использованием цифрового комплекса при поддержке программы Siam Photolab; проведением электрохимических исследований питтинговой коррозии и механических испытаний по соответствующим ГОСТам. Приведенные в диссертационной работе результаты исследований, полученные с использованием различных методик, достаточно хорошо согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам. Полученные экспериментальные данные обсуждены на основе общепринятых положений современного физического материаловедения.

Оформление диссертации, публикации и апробация

Диссертация логично построена, структура и содержание соответствуют цели и задачам исследования. Результаты работы опубликованы в 33 научных работах (включая 4 статьи в журналах из Перечня ВАК и 6 публикации, входящих в базы данных WOS и SCOPUS) и прошли апробацию на 22 международных и российских конференциях. Автореферат диссертации и публикации правильно и полно отражают содержание работы.

Замечания по диссертационной работе

1. Замечание по формулировкам в разделе «Введение»: положение 2 раздела «Научная новизна...» не раскрывает научный результат, а лишь сообщает о проведенном исследовании; в пункте 1 раздела «Практическая значимость» не раскрыта суть предложенного подхода к оценке питтингостойкости.

2. Название и поставленная цель работы не совсем точно отражены в диссертации: коррозионные свойства проанализированы для 16 марок сталей разного состава, а вот прочностные свойства исследованы только для одной из них, причем не совсем понятно, почему автор выбрал для детальных структурных исследований именно эту сталь, ведь предлагаемому критерию по соотношению содержания азота и углерода соответствуют еще несколько сталей, исследованных на коррозионную стойкость в гл 3.

3. В тексте диссертации встречаются не вполне корректные обращения к литературным источникам: 1) на стр. 53 говорится про «Последние исследования в работе [76]», хотя работа [76] 2002 года; 2) на стр. 56 сказано, что в начале 90-х годов XX в. Р.З. Валиевым с соавторами способ РКУП был впервые применен как метод мегапластической деформации (МПД), однако термин мегапластическая деформация впервые предложен А.М. Глезером в 2007 г. (Изв. РАН, сер. Физическая. 2007. Т. 71. №12. С. 1764-1772); 3) на стр. 69 сказано, что EBSD-анализ позволил развить представления о пластическом течении металлов на стадии больших деформаций и изучать пространственное распределение ориентировок со ссылкой на монографию В.В. Рыбина 1986 г. (Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.), в которой эволюция структуры на стадии развитой пластической деформации рассмотрена с использованием просвечивающей электронной микроскопии.

4. Автор допускает некорректные формулировки:

- что означает термин «поверхность стали» на подрисуночных подписях к рис. 2, 4, 6, 9 и 10 автореферата? Боковая поверхность образцов? Поверхность шлифов?

- что означает термин «параметры дефектности аустенита»? В тексте о них ничего не говорится.

5. На стр. 147 в разделе «Выводы к главе 6» вывод 3 повторяет вывод 1.

6. На стр. 148 в разделе «Заключение» сообщается о наличии в аустенитной структуре стали 06X18AG19M2 после закалки с последующим старением при 300°C наноразмерных нитридов CrN, которые после старения при 300°C не были выявлены.

7. Не совсем понятно, зачем для выбранной марки стали необходима мегапластическая деформация? Какие детали планируется изготавливать из подвергнутой РКУП стали 06X18AG19M2?

Высказанные замечания не меняют, в целом, безусловно положительную оценку представленной работы, включая ее научное и практическое содержание.

Заключение

Диссертационная работа Меркушкина Е.А. является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований и их интерпретации получены новые результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение важной, имеющей значение для развития металловедения и термической обработки сталей, задачи оптимизации химического состава и условий формирования методами термических и деформационной обработок в аустенитных азотистых сталях структурного состояния, обеспечивающего повышенные характеристики коррозионной стойкости и механических свойств.

Работа выполнена на достаточно высоком научном уровне. Выводы и результаты обоснованы и достоверны. Автореферат полностью отражает основное содержание диссертации.

Тематика выполненных исследований соответствует паспорту специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (п. 2 «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях», п. 3 «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа, количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов.», п. 6 «Разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов объемной и поверхностной термической, химикотермической, термомеханической и других видов обработок, связанных с термическим воздействием, а также специализированного оборудования»).

В целом, по актуальности и уровню решения поставленных задач, объему выполненных исследований, научной новизне, достоверности, практической значимости полученных результатов и выводов диссертационная работа Меркушкина Е.А. «Взаимосвязь состава и структуры аустенитных азотсодержащих сталей с коррозионными и механическими свойствами» соответствует критериям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней, в том числе п. 9 Положения, а ее автор – Меркушкин Евгений Анатольевич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа, автореферат и отзыв обсуждены и одобрены на научном семинаре Отдела физических проблем машиностроения ИМАШ УрО РАН (лаборатории: конструкционного материаловедения, деформирования и разрушения, микромеханики материалов, технической диагностики), протокол № 184 от 26 января 2017 г.

Председатель научного семинара,
руководитель Отдела физических проблем машиностроения,
главный научный сотрудник

лаборатории технической диагностики,
доктор технических наук, академик РАН
Тел.: (343) 375-47-25

E-mail: ges@imach.uran.ru

Горкунов Эдуард Степанович

Ведущий научный сотрудник
лаборатории микромеханики материалов,
доктор технических наук, доцент

Тел.: (343) 375-35-91

E-mail: nat@imach.uran.ru

Пугачева Наталия Борисовна

Секретарь семинара,
научный сотрудник
лаборатории микромеханики материалов,
кандидат технических наук

Тел.: (343) 375-35-96

E-mail: marina@imach.uran.ru

Мясникова Марина Валерьевна

620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук; тел.: +7 (343) 374-47-25; e-mail: ges@imach.uran.ru

16 февраля 2017 г.