

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

доктора технических наук, доцента Пышминцева Игоря Юрьевича на диссертацию Скорыниной Полины Андреевны «Упрочнение и повышение износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей наноструктурирующими фрикционными и комбинированными деформационно-термическими обработками», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение

Актуальность темы диссертации

Диссертация направлена на систематическое исследование влияния фрикционной обработки на закономерности формирования структуры и свойств поверхности широко распространенного класса нержавеющей сталей – хромоникелевых аустенитных, значимое упрочнение которых методами термической обработки невозможно. При этом важно понимание влияние условий и параметров фрикционной обработки, химического состава стали, соответственно ее деформационной стабильности, а также материала скользящего индентора на закономерности формирования структурно-фазового состояния и соответствующие характеристики стойкости к износу и коррозии. При очевидном повышении прочности поверхности при деформационном воздействии на любой материал важное значение имеет способ деформации и его параметры. Фрикционная обработка является малоизученной, в связи с этим необходимо определить влияние множества параметров, найти их оптимальное сочетание, установить значимые для конечных свойств закономерности. В связи с этим цель проведения исследования, состоящая в поиске эффективных путей поверхностного упрочнения и повышения износостойкости в условиях трения скольжения аустенитных хромоникелевых сталей на основе изучения их структурно-фазового состояния, микромеханических и трибологических свойств, формируемых при фрикционных и деформационно-термических обработках, представляется в высокой степени актуальной.

Степень обоснованности научных положений, выводов, рекомендаций, сформулированных в диссертации

Положения и выводы диссертации базируются на фундаментальных основах материаловедения, металловедения и кристаллографии. Методология исследования включает подробный анализ предмета и объекта исследования, систематизацию результатов анализа научных и практических исследований российских и зарубежных ученых, качественное сравнение и синтез существующих методических подходов, сбор и анализ

фактографического материала, апробацию авторских гипотез.

В исследовании диссертант корректно использует в комплексе современные экспериментальные методы исследований: оптическую и электронную микроскопию, рентгеноструктурный анализ. Анализ результатов основан на современных представлениях, опубликованных в монографиях, статьях и материалах конференций. Работу отличает многосторонний подход к анализу результатов и выработке заключений, основанный на сравнении данных, полученных различными методами. Результаты работы прошли апробацию на промышленном предприятии, подтвердив тем самым правильность основных положений и выводов.

Научная достоверность и обоснованность теоретических положений, результатов, выводов, предложений и рекомендаций диссертации определяются аргументированностью, полнотой охвата научных концепций и качественным анализом полученных данных.

Текст диссертации последовательный и логичный. Работу и автореферат отличает целостность, что позволило обеспечить высокую аргументированность выводов и положений. Поставленные проблемы в работе полностью раскрыты и предложены авторские методы их решения.

Достоверность положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Достоверность основных научных результатов диссертации Скорыниной П. А. обеспечивается выбранной методологией исследования, экспериментальными результатами, полученными с применением широкого набора современных методов исследования. Использована современная приборная база, которая обеспечена методологически и метрологически.

По теме диссертации было опубликовано 28 печатных работ, включая 14 статей в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ, из них 11 статей включены в базы данных цитирования Web of Science и Scopus. Результаты доложены на конференциях высокого уровня: Международных конференциях «Актуальные проблемы прочности» (Екатеринбург, 2013; Пермь, 2017); Международной конференции «Трибология и надежность» (Санкт-Петербург, 2014); Уральских школах металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Оренбург, 2014; Магнитогорск, 2018); Международной научно-технической Уральской школе-семинаре металловедов-молодых ученых (Екатеринбург, 2015); Международной школе «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2016, 2021, 2023); Международной конференции «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций» (Екатеринбург, 2016, 2018); Международной

научно-технической конференции «Инновационные машиностроительные технологии, оборудование и материалы – 2018» (Казань, 2018); Открытой школе-конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» (Уфа, 2020). Результаты исследования особенностей микроструктуры и свойств обработки аустенитных сталей скользящим индентором использованы в условиях промышленного предприятия ООО «Предприятие «Сенсор» (г. Курган) для наноструктурирующего выглаживания и формирования упрочненного наноструктурированного слоя на поверхности детали из аустенитной стали 04X17H10M2T, что подтверждено соответствующим актом. Все изложенное позволяет сделать заключение о достоверности положений, выносимых на защиту.

Характеристика структуры и содержания диссертации

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и двух приложений. Работа изложена на 197 страницах, включая 65 рисунков и 13 таблиц. Список литературы содержит 219 наименований.

В первой главе автор последовательно излагает наиболее существенные известные данные об эффектах, обусловленных поверхностной пластической деформацией (ППД), в частности технологией интенсивного поверхностного пластического деформирования (ИППД), позволяющей формировать на поверхности металлических материалов тонкие слои с субмикро- и нанокристаллической структурой, обладающие уникальным комплексом эксплуатационных свойств (прочность, износостойкость, коррозионная стойкость). Особый интерес представляют современные методы ИППД, которые способны устранять основные недостатки коррозионностойких аустенитных сталей, состоящие в низкой прочности, износостойкости, склонности к схватыванию. Автор подробно изложил особенности основных известных методов ИППД, их преимущества и недостатки. Показано, что фрикционная обработка, исключая существенный разогрев поверхности, является перспективным методом ППД. Упрочнение при фрикционной обработке осуществляется за счет многократного скольжения индентора по поверхности обрабатываемого материала, с заданной нагрузкой. В зоне металлического контакта при внешнем трении создаются исключительно высокие нормальные и сдвиговые напряжения, под действием которых пластическая деформация осуществляется по ротационному механизму. При этом эффективность упрочнения и достигаемое качество поверхности при обработках скользящими инденторами, изготовленных из разных материалов, определяющих условия трения на границе раздела, стальных поверхностей

во многом определяются технологией фрикционного нагружения. К основным параметрам, которые влияют на твердость, шероховатость и эксплуатационные свойства стальных изделий, относят материал индентора, нагрузку на индентор и среду обработки.

Особое внимание автор уделил анализу специфики фрикционной обработки применительно к нержавеющей стали аустенитного класса с учетом их возможной деформационной нестабильности. При этом рассмотрено влияние фрикционной обработки на трибологические и антикоррозионные свойства таких материалов, а также влияние последеформационного нагрева на закономерности изменения микроструктуры и свойств. В результате были обоснованно определены задачи данного исследования.

Во второй главе описаны характеристики материала исследования, методики и использованная приборная база. Было использовано три марки стали с различным уровнем деформационной стабильности аустенита. Подробно приведена схема подготовки поверхности образцов и проведения фрикционной обработки, которую осуществляли на специальной лабораторной установке, созданной на базе поперечно-строгального станка, при возвратно-поступательном движении индентора по схеме «полусферический индентор – плоский образец». Исследование тонкой структуры образцов осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), что требовало специальной прецизионной подготовки фольг из поверхностных слоев. Исследование поверхностей трения после фрикционной обработки и выглаживания, химического состава поверхности инденторов проводили с использованием сканирующей электронной микроскопии. Рентгеновскими методами определяли уровень остаточных напряжений и количество фаз в поверхностных слоях. Использован широкий набор методик исследований и испытаний, они подробно описаны с необходимыми ссылками на использованную литературу.

В третьей главе проведены выбор и обоснование технологических параметров (материал индентора, смазочно-охлаждающая технологическая среда, нагрузка) фрикционной обработки скользящими полусферическими инденторами по критериям обеспечения интенсивного деформационного упрочнения и высокого качества обрабатываемой поверхности. Подробно исследованы структура, фазовый состав, топография поверхности и микромеханические характеристики исследованных сталей с разной степенью деформационной стабильности к $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращению, после ИППД при фрикционной обработке по различным режимам.

Продемонстрировано, что перенос стали на поверхность индентора оказывает значительное влияние на коэффициент трения и, соответственно,

уровень упрочнения и качество поверхности после фрикционной обработки. Показаны преимущества использования индентора из синтетического алмаза с нагрузками $P = 392-490$ Н и безокислительной среды аргона. При этом на поверхности индентора происходит лишь незначительный перенос микрочастиц аустенитной стали в зоне фрикционного контакта.

Показано, что при стандартной технологии выглаживания индентором из натурального алмаза с СОЖ не происходит перенос стали 12Х18Н10Т, но коэффициент трения низкий, что препятствует накоплению пластической деформации в поверхности. При обработке инденторами из твердого сплава ВК8 и DBN даже при подаче СОЖ имеют место интенсивное адгезионное схватывание, ухудшение качества поверхности стали, ее перенос на индентор и возникновению одноименной пары трения «сталь – сталь» с высокими коэффициентами трения. Установлено влияние кратности воздействия n индентором из синтетического алмаза на рост микротвердости и динамику образования мартенсита метастабильной и обладающей повышенной стабильностью к деформационным превращениям аустенитной стали. Убедительно продемонстрировано, что упрочнение поверхности стали 03Х16Н15М3Т1 реализуется эффективно за счет зернограничного и дислокационного механизмов упрочнения аустенита, а в стали 12Х18Н10Т дополнительный вклад вносит протекание деформационного $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения, чему способствует формирование в тонких поверхностных слоях нано- и субмикроструктур аустенита и α' -мартенсита деформации. Показано, что варьирование температуры обработки оказывает сильное влияние на $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение в поверхностном слое аустенитной стали 12Х18Н10Т, но несмотря на формируемый различный фазовый состав, достигаются близкие уровни деформационного упрочнения стали за первый проход (555-575 HV 0,025).

В четвертой главе приведены результаты изучения термической устойчивости сформированных при фрикционной обработке субмикро- и нанокристаллических структур, а также исследования влияния температуры нагрева на микромеханические характеристики упрочненного поверхностного слоя, на основании проведенных исследований рассмотрены возможности упрочнения метастабильной аустенитной стали комбинированными деформационно-термическими обработками. Установлено, что сформированные в поверхностном слое метастабильной аустенитной стали 12Х18Н10Т структуры высоко термически стабильны и после двухчасового отжига при 400-450 °С нанокристаллические мартенситно-аустенитные структуры с высокой объемной долей α' -мартенсита деформации сохраняются. При этом достигается дополнительное упрочнение поверхности от 690 до 870-900 HV 0,025 и повышается также

способность поверхностного слоя выдерживать контактные нагрузки, что, по мнению автора, происходит из-за выделения из мартенсита деформации наноразмерных карбидов Cr_{23}C_6 . Обнаружено, что отжиг при температуре $650\text{ }^\circ\text{C}$ приводит к формированию в поверхностном слое образцов из стали 12X18H10T преимущественно субмикро- и нанокристаллической структуры аустенита с твердостью $630\text{ HV } 0,025$ при реализации прямого деформационного (при фрикционной обработке) $\gamma \rightarrow \alpha'$ - и обратного (при нагреве) $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращений, а также появлению отдельных областей рекристаллизованного аустенита. При нагреве до более высоких температур ($650\text{-}800\text{ }^\circ\text{C}$) в поверхностном слое наблюдали комбинацию высокодисперсных и рекристаллизованных структур аустенита. Выявленные особенности позволили предложить комбинированные деформационно-термические обработки, включающие фрикционное наноструктурирование и отжиги при $400\text{-}450$ и $650\text{ }^\circ\text{C}$.

В пятой главе описаны результаты исследования влияния наноструктурирующей фрикционной обработки на трибологические и коррозионные свойства метастабильной стали 12X18H10T и аустенитной стали 03X16H15M3T1 с повышенной деформационной стабильностью. В условиях сухого трения скольжения метастабильной наноструктурированной аустенитной стали 12X18H10T обнаружен аномальный характер изменения износа и коэффициента трения от пути трения с отсутствием периода приработки; минимальной интенсивностью изнашивания и коэффициента трения на начальных этапах трения. Улучшение характеристик обусловлено ограничением схватывания на наноструктурированной поверхности и переходом к изнашиванию по механизму пластического оттеснения. Показано, что фрикционная обработка обеспечивает рост износостойкости в условиях граничного трения со смазкой метастабильной стали 12X18H10T в 4-10 раз и деформационно стабильной 03X16H15M3T1 стали в 4-70 раз вследствие ограничения процессов пластического оттеснения и схватывания.

В то же время показано, что в данных условиях испытания упрочняющая фрикционная обработка приводит к повышению скорости коррозии метастабильной аустенитной стали 12X18H10T в сравнении с электрополированным состоянием. Однако фрикционная обработка, приводящая к образованию на поверхности 55-70 об. % мартенсита, не приводит к ухудшению коррозионной стойкости по сравнению с шлифованием. Деформационно стабильная аустенитная сталь 03X16H15M3T1 показала близкие скорости коррозии в крупнокристаллическом (после электролитического полирования) и субмикро/нанокристаллическом состоянии (после фрикционной обработки),

в то время как механическое шлифование дает большие скорости коррозии стали вследствие особенностей строения поверхности.

В шестой главе проведен сравнительный анализ эффективности наноструктурирующего выглаживания нержавеющей стали 04X17H10M2T индентором из синтетического алмаза в воздушной среде и ее обработки скользящим индентором в лабораторных условиях.

По сравнению с фрикционной обработкой в лабораторных условиях, при наноструктурирующем выглаживании достигается повышенный уровень микротвердости поверхности исследуемой стали 04X17H10M2T (710 и 825 HV 0,025 соответственно). При этом формируется качественная поверхность с низким значением параметра шероховатости ($R_a \sim 120$ нм), а в поверхностном слое возникают субмикроструктурные и нанокристаллические аустенитно-мартенситные структуры. Показано, что наноструктурирующее выглаживание приводит к повышению прочностных характеристик (твердости вдавливания при максимальной нагрузке H_T и твердости по Мартенсу H_M), а также обеспечивается повышенная способность упрочненного поверхностного слоя деформироваться в упругой области, а также сопротивляться деформированию и после начала пластического течения материала.

По работе сделано обобщающее заключение, в котором зафиксированы основные полученные результаты, а также определены направления последующих исследований.

Научная новизна работы

1. Показана эволюция микроструктуры поверхностного слоя при фрикционной обработке аустенитных сталей от развития процессов механического двойникования аустенита и образования ячеистых и полосовых дислокационных субструктур до формирования субмикро- и нанокристаллической структуры аустенита и α' -мартенсита деформации.

2. Показана возможность достижения в результате фрикционной обработки с высокой кратностью сканирования поверхности близких значений твердости (до 710-720 HV 0,025) в метастабильной стали 12X18H10T с образованием 70 об. % α' -мартенсита деформации и деформационно стабильной аустенитной стали 03X16H15M3T1.

3. При увеличении температуры фрикционного нагружения малой кратности от -196 до $+250$ °C объемная доля мартенсита деформации в поверхностном слое стали 12X18H10T снижается от 100 до 5 % при достижении близких уровней деформационного упрочнения ее поверхности (555-575 HV 0,025).

4. Показаны причины роста износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей после фрикционной обработки, состоящие в ограничении на поверхностях трения процессов пластического отеснения и адгезионного схватывания вследствие повышения способности упрочненных слоев сопротивляться пластической деформации при контактном механическом воздействии.

5. Обнаружено дополнительное упрочнение нанокристаллических мартенситно-аустенитных структур поверхностного слоя метастабильной аустенитной стали при нагреве после фрикционной обработки до 400-450 °С предположительно за счет выделения дисперсных карбидов хрома. Показано, что нагрев до 650 °С обеспечивает формирование высокопрочных преимущественно субмикро- и нанокристаллических микроструктур аустенита, которые сохраняются вплоть до 800 °С и сосуществуют с рекристаллизованными участками аустенита.

Замечания по диссертации

Положительно оценивая диссертацию в целом, ее логику, обоснованность, достоверность, полученные новые научные результаты, теоретическую и эмпирическую базу исследования, следует выделить следующие дискуссионные положения, недостатки и замечания:

1. Химический состав по стандарту ГОСТ 5632-2014 «Легированные нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаропрочные и жаростойкие. Марки» данных марок не предполагает содержание серы и фосфора не более 0,045 % каждого, как указано в примечании к табл.2.1. Содержание серы в современных сталях существенно ниже – обычно не более 0,020 %. Кроме того, сталь 12X18H10T не является аналогом AISI 304, а сталь 03X16H15M3T1 аналогом AISI 316L, как это указано на стр. 49. Первая ближе к AISI 321, поскольку легирована титаном, в то же время AISI 316L не стабилизирована этим элементом. Обычно содержание титана в сталях такого класса ограничивают в 0,60-0,70 мас. % (см. ГОСТ 5632, ASTM A240 и аналогичные), цель легирования титаном в количестве 1,17 мас. % из текста работы не понятна. Аналогично в одной из использованных сталей содержание ванадия в 0,121 мас. % и ниобия 0,052 мас. % также нетипично для этого класса материалов. Не приведено содержание азота в сталях, которое может иметь значение для формирования нитридов и карбонитридов. Высокое содержание сильных карбидообразующих элементов может оказать определяющее влияние на закономерности структурных и фазовых превращений при нагреве после фрикционной обработки.

2. Одно из интересных выводов работы состоит в обнаружении упрочнения нанокристаллических мартенситно-аустенитных структуры, сформированных в поверхностном слое метастабильной аустенитной стали при фрикционной обработке, при нагреве до 400-450 °С за счет выделения дисперсных карбидов хрома. В то же время исследованные стали содержат титан в количестве достаточном для связывания углерода в высокоустойчивые карбиды титана. В работе не предложен механизм формирования упрочняющих карбидов хрома и источник углерода для этого. Кроме того, автор указывает на образование карбида типа $Cr_{23}C_6$, наиболее стабильного из известных и образующегося обычно при более высоких температурах. Это требует специального обсуждения.

3. Нет определенности в критериях определения температуры в очаге деформации: «Обработку проводили в отсутствии заметного фрикционного нагрева поверхности трения, что было обеспечено условиями нагружения (скорость скольжения индентора, нормальная нагрузка на индентор)». В чем состоит «заметность» фрикционного нагрева?

4. Сопротивление упругому деформированию после фрикционной обработки изменяется, каковы причины изменения модуля упругости, если имеется в виду именно модуль, который и характеризует это сопротивление?

5. По тексту имеются некоторые неточности, например, выражение массоперенос стали на поверхность правильно было бы заменить на перенос стали, которая безусловно имеет массу.

Заключение

Диссертация Скорыниной Полины Андреевны «Упрочнение и повышение износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей наноструктурирующими фрикционными и комбинированными деформационно-термическими обработками», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком уровне. Достижение поставленной в диссертационном исследовании цели сопряжено с решением целого комплекса задач, имеющих теоретическое и прикладное значение. В результате диссертантом разработаны эффективные пути поверхностного упрочнения и повышения износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей методами фрикционной в условиях трения скольжения и деформационно-термической обработки. Диссертация и автореферат соответствуют пунктам Паспорта специальности 2.6.17. Материаловедение: 4. Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых металлических, неметаллических и композиционных материалов, обладающих уникальными функциональными,

физикомеханическими, биомедицинскими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой; 6. Разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий.

Автореферат диссертации П. А. Скорыниной полностью соответствует тексту диссертации, отражает ее основное содержание, имеет логически грамотное построение и последовательность изложения результатов исследования.

По результатам диссертационного исследования автором опубликовано достаточное количество научных работ. Диссертационная работа удовлетворяет требованиям п.9-14 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, а ее автор, Скорынина Полина Андреевна, заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Официальный оппонент:

доктор технических наук, доцент,

Общество с ограниченной ответственностью

«Исследовательский центр ТМК», г. Москва,

генеральный директор

Пышминцев Игорь Юрьевич

Контактная информация:

Общество с ограниченной ответственностью «Исследовательский центр ТМК», 121205, г. Москва, вн. тер. г. Муниципальный округ Можайский, территория Инновационного центра Сколково, б-р Большой, д. 5

Тел. +7 (495) 7757600, доб. 12170

Адрес электронной почты: igor.pyshmintsev@tmk-group.com

«30» сентября 2025 г.

Пышминцев И.Ю.

Подпись Пышминцева И.Ю. заверяю:

Нач. отд. по работе с персоналом

Е.А.Кушниренко

