

Министерство промышленности и торговли  
Российской Федерации  
Государственный научный центр  
Российской Федерации



**Центральный  
научно-исследовательский  
институт черной металлургии  
им. И.П.Бардина**

Федеральное государственное унитарное предприятие  
(ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2  
Тел. (495) 777-93-01; Факс (495) 777-93-00  
ИНН/КПП 7701027596/770101001  
E-mail: [chermet@chermet.net](mailto:chermet@chermet.net)  
[www.chermet.net](http://www.chermet.net)

\_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № 48/1611  
На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель генерального директора  
ФГУП «ЦНИИчермета им. И.П. Бардина»  
**УГЛОВ Владимир Александрович**



« 16 » ноября 2018 г.

### ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Мишнева Романа Владимировича «Структура и механические свойства перспективной теплотехнической стали 10X10K3B2MФБР», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

#### Актуальность темы диссертации

Одним из наиболее перспективных подходов к созданию материалов для паровых турбин является использование сталей с повышенным содержанием кобальта и бора. В этой связи диссертационная работа Мишнева Р.В., которая посвящена исследованию структуры и механических свойств теплотехнической высокохромистой стали мартенситного класса нового поколения с повышенным содержанием этих элементов, является весьма актуальной. Перспективность этого исследования обусловлена, во-первых, изучением структуры и механических свойств данного класса сталей, что позволит расширить представление о микроструктуре высокохромистых сталей и внесет существенный вклад в понимание механизмов ползучести, малоциклового усталости и хрупко-вязкого перехода и, во-вторых, перспективой внедрения в производство отечественных сталей нового поколения для узлов угольных энергоблоков с очень высокими параметрами эксплуатации.

#### Структура диссертации и ее основное содержание

Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов и списка литературы из 192 источников.

**Во введении** обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулированы цель и задачи исследования, приведены положения, выносимые на защиту, обозначены научная новизна и практическая значимость.

**В первой главе** рассматривается мировой и российский опыт развития материалов для котлотурбинных установок. Подробно описано влияние легирующих элементов на структуру сталей мартенситного класса и принципы их легирования. Рассматриваются факторы, обеспечивающие высокую прочность при ползучести высокохромистых мартенситных сталей и влияние на структуру различного типа нагрузжений. Обоснован выбор примененного легирования, и представлены основные требования к структуре и механическим свойствам теплотехнических сталей, на основании которых сформулированы задачи диссертационной работы.

**Во второй главе** диссертации описаны исследуемый материал: высокохромистая (10 % Cr) сталь 10X10K3B2MФБР с повышенным содержанием кобальта (3 %) и бора (0,008 %) и пониженным содержанием азота (0,003 %), его термическая обработка, методы математического моделирования, методики механических испытаний и структурных исследований.

**В третьей главе диссертации** исследуется влияние термической обработки на формирование структуры, фазового состава и механические свойства исследуемой стали. Автором установлено, что повышение температуры отпуска способствует увеличению ширины реек и снижению плотности дислокаций в стали, представлена последовательность фазовых превращений частиц вторых фаз. Определен оптимальный режим термической обработки, который обеспечивает набор необходимых механических свойств. Установлено, что примененное легирование приводит к тому, что отличительной особенностью исследуемой стали относительно сталей аналог после термической обработки является наличие большого числа мелких карбидов  $M_{23}C_6$ , расположенных по границам всех типов, и практически полное отсутствие частиц VX,

**Четвертая глава** посвящена изучению поведения новой стали 10X10K3B2MФБР при испытании на ползучесть при температуре 650°C и приложенных напряжениях от 120 до 180 МПа. Установлено влияние длительного отжига и ползучести на структурные изменения в стали. Особое внимание уделено поведению и структурным изменениям при кратковременной и длительной ползучести, для этого изучена эволюция структуры стали в данных условиях. Кроме того, установлены причины сверхвысокого сопротивления ползучести исследуемой стали 10X10K3B2MФБР.

Время до разрушения стали 10X10K3B2MФБР при испытании на ползучесть при 650°C и напряжении 120 МПа составило 39437 ч, что в настоящее время является

совершенно уникальным результатом и не имеет аналогов ни в России, ни за рубежом. Исследуемая сталь демонстрирует линейную зависимость приложенного напряжения от времени до разрушения без появления перелома на графике, который обычно наблюдается у 9-12%Cr сталей при времени до разрушения примерно 2000-5000 ч. Предел длительной прочности, рассчитанный с помощью параметра Ларсена-Миллера на основе экспериментальных данных при температурах 600-650°C, за  $10^5$  ч при температуре 650°C составляет 114 МПа. Такое сопротивление ползучести стали обеспечивается благодаря высокой стабильности структуры и высоким пороговым напряжениям, которые составляют 106 МПа.

Установлено, что высокое сопротивление ползучести обусловлено стойкостью карбидов  $M_{23}C_6$  к укрупнению благодаря низкой межфазной энергии когерентных границ и сохранению их когерентности при долговременной ползучести. Цепочки этих карбидов по границам рек сдерживают трансформацию речной структуры в субзеренную за счет тормозящей силы Зинера. Выявлено, что дополнительное выделение карбонитридов  $MX$ , обогащенных ванадием, на переходной и установившейся стадиях ползучести обеспечивает дополнительное дисперсионное упрочнение, что в совокупности с влиянием карбидов  $M_{23}C_6$  нивелирует снижение твердорастворного упрочнения из-за выделения частиц фазы Лавеса.

**В пятой главе диссертации** рассматривается влияние температуры, амплитуды и скорости циклической деформации на усталостную долговечность и закономерности структурных изменений в стали 10X10K3B2MФБР при испытании на малоцикловую усталость. Установлено, что сопротивление циклическим нагрузкам исследуемой стали при больших амплитудах деформации соответствует свойствам стали-аналогу, а при небольших амплитудах деформации незначительно превосходит их. Показано, что микроструктурный дизайн исследуемой стали, обеспечивающий значительное улучшение показателей ползучести, не оказывает значительного влияния на сопротивление циклическим нагрузкам. При этом проведено комплексное исследование, которое позволяет определить наиболее благоприятные условия испытаний с точки зрения сохранения структуры троостита отпуска, что будет полезно в случае внедрения материала в производство. Также интересны особенности поведения материала в различных режимах, в частности, эффект деформационного динамического старения, который наблюдается при повышении температуры до 650°C и усиливается при снижении скорости испытания. Отдельного внимания заслуживает анализ векторов Бюргерса для дислокаций в стали при испытании на малоцикловую усталость. Применение данного подхода позволяет понять причину трансформации речной структуры в субзеренную с доминированием пластической составляющей деформации.



**В шестой главе диссертации** рассматривается влияние микроструктуры стали на механические свойства при испытании на растяжение при температурах от  $-140^{\circ}\text{C}$  до  $800^{\circ}\text{C}$  и ударную вязкость в интервале от  $-196^{\circ}\text{C}$  до  $100^{\circ}\text{C}$ .

Благодаря использованию нестандартного подхода в исследовании, автором установлено, что в новой стали карбиды, расположенные на границах реек с высокой плотностью, служат эффективным барьером для передачи пластической деформации из одной рейки в другую, поэтому решеточные дислокации накапливаются около карбидов на границах реек. Высокие напряжения от дислокационных скоплений ослабляются в результате зарождения многочисленных микротрещин. При этом высокая плотность пор в исследуемой стали облегчает стабильное распространение трещин. Многочисленные микротрещины/поры на границах реек впереди магистральной трещины служат дополнительными концентраторами напряжений, которые увеличивают напряжение в вершине головной трещины, в результате чего напряжение у вершины трещины, необходимое для возникновения неустойчивого распространения трещины, в исследуемой стали достигается при меньших размерах зоны стабильного распространения трещины, чем в стали-аналоге.

### **Научная новизна диссертационной работы**

В диссертационной работе впервые получены следующие научные результаты:

1. Установлено, что в процессе отпуска в исследуемой стали замедлена трансформация пленочных карбидов  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , выделяющихся при  $\sim 500^{\circ}\text{C}$ , в глобулярные, что является причиной низкой ударной вязкости стали после отпуска при температурах  $\leq 750^{\circ}\text{C}$ . Формирование карбидов глобулярной формы размером  $\sim 70$  нм после отпуска при  $770^{\circ}\text{C}$  приводит к повышению ударной вязкости. Снижение содержания азота в стали приводит к тому, что карбонитриды  $\text{MX}$  после отпуска представлены преимущественно частицами  $\text{NbX}$ .
2. Установлено, что при испытании на ползучесть при температуре  $650^{\circ}\text{C}$  и напряжении 120 МПа исследуемая сталь демонстрирует уникально высокое время до разрушения (около 40000 часов). Высокое сопротивление ползучести обусловлено стойкостью карбидов  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  к укрупнению благодаря низкой межфазной энергии когерентных границ и сохранению их когерентности при долговременной ползучести. Цепочки этих карбидов по границам реек сдерживают трансформацию реечной структуры в субзеренную за счет тормозящей силы Зинера. Выявлено, что дополнительное выделение карбонитридов  $\text{MX}$ , обогащенных ванадием, на переходной и установившейся стадиях ползучести обеспечивает дополнительное дисперсионное упрочнение, что в совокупности с влиянием карбидов  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  нивелирует снижение твердорастворного упрочнения из-за выделения частиц фазы Лавеса.

3. Установлено, что при доминировании упругой деформации при испытании на малоцикловую усталость развивается единичное скольжение, и наблюдается сохранение речной структуры, а при доминировании пластической составляющей развивается множественное скольжение, что способствует взаимодействию решеточных дислокаций с речными границами, в результате чего происходит трансформация речной структуры в субзеренную.

4. Выявлено, что сталь 10X10K3B2MФБР демонстрирует эффект динамического деформационного старения при повышении температуры испытания до 650°C, который проявляется в увеличении прочностных коэффициентов уравнений Басквина-Мэнсона-Коффина и Морроу и наличии осцилляции напряжений на петлях гистерезиса. С понижением скорости деформации наблюдается усиление эффекта динамического деформационного старения. Кроме того, снижение скорости циклической деформации при температуре 650°C значительно ухудшает долговечность стали и приводит к ускорению процессов возврата.

5. Установлено, что причиной повышенной температуры вязко-хрупкого перехода стали 10X10K3B2MФБР с повышенным содержанием бора и пониженным содержанием азота является высокая плотность карбидов  $M_{23}C_6$  по границам реек, которая при динамическом нагружении приводит к образованию пор, облегчающих распространение магистральной трещины.

### **Практическая значимость диссертационной работы**

Результаты диссертационной работы представляют высокую практическую значимость. работы заключается в том, что определен режим оптимальной термической обработки стали 10X10K3B2MФБР с повышенным содержанием бора (0,008%) и низким содержанием азота (0,003%), обеспечивающий достижение уникально высокого предела длительной прочности 114 МПа при температуре 650°C за  $10^5$  ч. Показано, что уровень основных механических свойств (твердости, ударной вязкости, механических свойств на растяжение, сопротивлении малоциклового усталости) исследуемой стали удовлетворяет требованиям, предъявляемым к теплотехническим сталям нового поколения, предназначенным для изготовления лопаток и роторов турбин. При этом, выявленная роль легирования и структурных факторов в достижении высокого сопротивления ползучести может быть использована для разработки химического состава и микроструктурного дизайна новых теплотехнических высокохромистых сталей. На основе полученных результатов предложен и запатентован химический состав высокохромистой стали нового поколения с повышенной длительной прочностью за счет повышенного содержания бора и пониженного содержания азота.

Результаты диссертационной работы могут представлять интерес для научно-исследовательских, производственных организаций и ряда технических вузов. В первую очередь, материалы диссертации могут быть полезны научным и производственным предприятиям, занимающимся исследованиями, разработкой и производством роторов и лопаток турбин, а также других элементов ТЭС, в которых применяются элементы из мартенситных сталей, например, НПО «ЦНИИТМАШ» (г. Москва), ОАО «ВТИ» (г. Москва), ПАО «Силовые машины» (г. Санкт-Петербург), имеющие цеха по производству и обработке мартенситных сталей. Результаты и выводы диссертации могут быть полезны для научных и производственных предприятий, занимающихся вопросами термообработки и разработки мартенситных сталей.

### **Достоверность полученных результатов**

Достоверность и обоснованность положений и выводов в работе обеспечиваются проведением большого количества экспериментов с использованием современного оборудования (просвечивающего электронного микроскопа с энергодисперсионной приставкой, растрового электронного микроскопа, рентгеновского дифрактометра. Механические свойства на растяжение, ползучесть, малоцикловую усталость и ударную вязкость были проведены по соответствующим ГОСТам. Также достоверность выводов обеспечивается воспроизводимостью и согласованностью полученных результатов и их соответствием результатам теоретических расчетов. Полученные результаты не противоречат известным научным представлениям.

### **Оформление диссертации, публикации и апробация**

Диссертация логично построена, структура и содержание соответствуют цели и задачам исследования. Результаты работы опубликованы в 16 научных работах (включая 16 статей в журналах из Перечня ВАК и 1 патент на изобретение) и прошли апробацию на международных и российских конференциях. Автореферат диссертации и публикации правильно и полно отражают содержание работы.

### **Замечания по диссертационной работе**

На основании рассмотрения диссертационной работы можно сделать следующие замечания:

1. Результаты данного исследования могли бы быть опробованы в реальных условиях при изготовлении деталей для ТЭС, но информация об этом в работе отсутствуют.
2. В главе 5 обнаружено аномальное поведение стали при испытании на малоцикловую



усталость при повышении температуры испытания до 650°C, однако причины подобного эффекта в работе не обсуждаются.

3. Исследования малоциклового усталости проведены достаточно подробно и в широком интервале изменяющихся условий, однако, неясно, как структурные изменения после циклических нагрузок будут влиять на долговечность при испытании на ползучесть.

4. Текст диссертации и автореферата содержит ряд неточностей:

- не расшифрована аббревиатура LAB, MA, F на гистограммах распределения МУГ,
- на некоторых приведенных графиках (рис. 3.4, 4.13, 5.22, 5.23 и др.) отсутствуют данные о погрешности измерений,
- на рисунке 3.12 для фазы, не содержащей бор, общая концентрация элементов превышает 100%.

Сделанные замечания не снижают положительной оценки работы, так как не затрагивают ее основные положения и выводы. Результаты научных исследований имеют существенное научное и практическое значение.

#### **Общая оценка диссертационной работы**

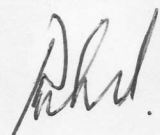
Диссертационная работа Мишнева Р.В. является завершенной научно-квалифицированной работой, в которой на основании выполненных автором исследований и их интерпретации получены новые результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение важной задачи, имеющей значение для развития металловедения сталей. Работа выполнена на высоком научном уровне. Поставленные в работе цели и задачи полностью достигнуты. Выводы по диссертации обоснованы и достоверны. В целом диссертационная работа и автореферат написаны строгим научным языком, имеют четко прослеживаемую логику изложения. Автореферат и публикации полностью отражают 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. 7 «Изучение взаимодействия металлов и сплавов с внешними средами в условиях работы различных технических устройств, оценка и прогнозирование на этой основе работоспособности металлов и сплавов».)

В целом, по актуальности и уровню решения поставленных задач, объему выполненных исследований, научной новизне, достоверности, практической значимости полученных результатов и выводов диссертационная работа Мишнева Р.В. «Структура и механические свойства перспективной теплотехнической стали 10X10K3B2MФБР» соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным «Положением о порядке присуждения ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», а ее автор – Мишнев Роман Владимирович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

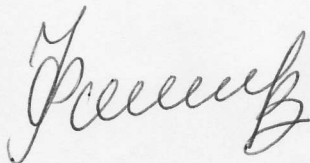
Диссертация была заслушана и обсуждалась на научно-техническом совете Научного центра металловедения и физики металлов им. Г.В. Курдюмова ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина» 15 ноября 2018 г. (протокол № 11). На заседании присутствовало: 16 человек. Результаты голосования по проекту отзыва: «за» – 16, «против» – нет, «воздержалось» – нет.

Заместитель директор Научного Центра  
металловедения и физики металлов им. Г.В. Курдюмова  
ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»,  
к.т.н. (05.16.01)



КОВАЛЕВ  
Анатолий Иванович

Ученый секретарь НТС,  
к.ф.-м.н. (01.04.07)



ФИЛИППОВА  
Варвара Петровна