

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.437.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
АВТОНОМНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «ЮЖНО-УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ (НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ)» МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 19.04.2023 г. №49

О присуждении Полухину Дмитрию Сергеевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Структура и свойства композитного никель-фосфорного покрытия, термообработанного по разным режимам» по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» принята к защите 08.02.2023 г. (протокол заседания №49П) диссертационным советом 24.2.437.01, созданным на базе федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 454080 г. Челябинск, пр. Ленина, д. 76, утвержденным приказом №105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Полухин Дмитрий Сергеевич, 09.10.1987 года рождения, в 2010 году окончил государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Южно-Уральский государственный университет» по специальности «Металловедение и термическая обработка металлов». С 2010 г. по 2011 г. являлся аспирантом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Южно-Уральский государственный университет» (национальный исследовательский университет). С июня 2022 года прикреплен в качестве соискателя ученой степени кандидата технических

наук к федеральному государственному автономному образовательному учреждению высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)» по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

В настоящее время работает в должности руководителя департамента услуг – исполнительного директора общества с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Конар».

Диссертация выполнена на кафедре «Материаловедение и физико-химия материалов» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Гойхенберг Юрий Нафтулович, старший научный сотрудник кафедры «Материаловедение и физико-химия материалов» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)».

Официальные оппоненты:

– Емелюшин Алексей Николаевич – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Литейные процессы и материаловедение» ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», г. Магнитогорск;

– Логачева Алла Игоревна – доктор технических наук, начальник отделения металлических материалов и металлургических технологий АО «Композит», г. Королёв,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, Акционерное общество «Русский научно-исследовательский институт трубной промышленности», г. Челябинск, в своем

положительном отзыве, подписанном заместителем генерального директора по научной работе, доктором технических наук Космацким Ярославом Игоревичем, заведующим лабораторией физико-химических методов анализа Гольшевым Андреем Сергеевичем, и утвержденном генеральным директором, доктором технических наук Пышминцевым Игорем Юрьевичем, указала, что:

- диссертация является законченным научным исследованием по актуальной теме. В работе представлены результаты, имеющие важное научное и практическое значение для специальности 2.6.1. – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов». Материалы диссертации обладают научной новизной, теоретической и практической значимостью и вносят вклад в развитие теории и технологии нанесения композитных никель-фосфорных покрытий»

- диссертационная работа Полухина Дмитрия Сергеевича соответствует критериям пп. 9-14 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842, а её автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Соискатель имеет 7 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 7 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 4 работы. Наиболее значимые научные работы соискателя по теме диссертации:

1. Полухин, Д.С. Контроль микротвердости никель-фосфорных покрытий в аморфном и кристаллическом состояниях с учетом требований к качеству поставляемых изделий / Д.С. Полухин, Ю.Н. Гойхенберг // Упрочняющие технологии и покрытия. 2022. – Т. 18. – № 6. – С. 283—287. DOI: 10.36652/1813-1336-2022-18-6-283-287 (авт. – 3 из 5 стр.).

2. Полухин, Д.С. Коррозионная стойкость композитного никель-фосфорного покрытия в различных агрессивных средах / Д.С. Полухин, Ю.Н. Гойхенберг, Е.Г. Бодров // Вопросы материаловедения. – 2022. – №3 (111). – С. 98 – 108. DOI: 10.22349/1994-6716-2022-111-3-98-108 (авт. – 6 из 11 стр.).

3. Полухин, Д.С. Зависимость физико-механических свойств Ni-P покрытия от режима термической обработки и формируемого фазового состава / Д.С. Полухин, Ю.Н. Гойхенберг, Е.Г. Бодров, П.В. Кочнев // Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. – 2022. – Т. 78 – № 6. – С. 529 – 535. DOI: 10.32339/0135-5910-2022-6-529-535 (авт. – 4 из 7 стр.).

4. Полухин, Д.С. Влияние дисперсных карбидов кремния SiC на качество и микротвердость Ni-P покрытия после кристаллизационного отжига / Д.С. Полухин, Ю.Н. Гойхенберг, Е.Г. Бодров // Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. – 2022. – Т. 78 – № 9. – С. 777 – 783. DOI: 10.32339/0135-5910-2022-9-777-783 (авт. – 5 из 7 стр.).

На диссертацию и автореферат поступило 7 отзывов (все – положительные), содержащие следующие замечания и вопросы:

1. От технического директора ООО «Ласмет», кандидата технических наук Мазничевского Александра Николаевича. Вопросы и замечания: 1) По результатам растяжения образцов (рис. 8 автореферата) получены линейные зависимости для подложки и покрытия, при этом не совсем ясно почему в покрытии возникают более высокие напряжения, чем те, что были приложены к образцу испытательным оборудованием? 2) На стр. 20 автореферата автор указывает, что «...для изготовления узла затвора запорно-регулирующей арматуры используется толстолистовой (30 - 180 мм) прокат из сталей 09Г2С, 20ХГНР и 20ХН3А с обеспечением требований по механическим свойствам и ударной вязкости KCV^{60} , выполнение которых обеспечивается, как правило, термической или термомеханической обработкой». Известно, что, в зависимости от категории прочности механические свойства и ударная вязкость стали могут обеспечиваться как при охлаждении с прокатного нагрева, так и

последующей нормализацией или закалкой с отпуском (низким или высоким). Из текста работы не ясно, какой термической обработке подвергается сталь-подложка. При этом возможна такая ситуация, что для обеспечения свойств стали может быть применена закалка с низким отпуском, а рекомендуемый автором режим термической обработки покрытия, проведенный при более высокой температуре (390°C, 2 часа), ухудшит свойства изделия в целом. В работе следовало бы однозначно указать применяющуюся термическую обработку подложки и предъявляемые требования к механическим свойствам и ударной вязкости.

2. От профессора кафедры «Технологические машины и технологии машиностроения» ФГБОУ ВО «Уральский государственный лесотехнический университет», доктора технических наук, профессора Потехина Бориса Алексеевича. Вопрос: «что побудило диссертанта и его руководителя считать созданное покрытие композитным, а не просто считать его покрытием с фазовым упрочнением?».

3. От начальника отдела труб энергетического комплекса и специальных видов труб ПАО «ТМК», кандидата технических наук, Маковецкого Александра Николаевича. Вопрос: Из автореферата и диссертации непонятно, каким образом сформировано столь значительное количество остаточного аустенита, определенное автором методом рентгеноструктурного анализа, в материале подложки?

4. От доцента кафедры физики УО «Белорусский государственный технологический университет», кандидата физико-математических наук, Чаевского Вадима Витальевича. Замечания: 1) Не приведены состав электролита осаждения покрытий на основе Ni-P и условия формирования сплава Ni-P+SiC; 2) Известно, что получаемые из исходного раствора химического никелирования Ni-P покрытия характеризуются высокими внутренними напряжениями, которые тем выше, чем меньше содержание фосфора в покрытиях, что вызывает образование микротрещин в покрытиях Поэтому снимки на рис. 4

микроструктуры покрытия следовало бы показать при увеличениях меньше 20 мкм, чтобы убедиться в отсутствии микротрещин в сформированных покрытиях.

5. От начальника исследовательско-технологического отдела департамента технического развития ПАО «Уральская кузница», кандидата технических наук, Шабурова Андрея Дмитриевича. Вопросы: 1) В работе не указано, чем обусловлены скачки изменения массы, полученные гравиметрическим методом, при повышении концентрации кислоты для некоторых режимов термической обработки; 2) Кривые на графиках рисунка 6 не подписаны, в связи с чем сложно оценить стойкость покрытий к разным видам кислот. К тому же не ясно чем обусловлен выбор сред. Так для нефтегазовой промышленности актуальна оценка коррозионной стойкости к сероводородсодержащим средам; 3) Автором установлено, что на поверхностные дефекты покрытия влияет содержание остаточного аустенита в стали-подложке. Рассматривалась ли возможность проведения стабилизирующей термообработки подложки либо её предварительной провоцирующей термообработки, имитирующей окончательную термообработку покрытия? Изучалось ли влияние термообработки покрытия на свойства подложки?

6. От главного научного сотрудника лаборатории физического металловедения ФГБУН Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, доктора технических наук, старшего научного сотрудника Яковлевой Ирины Леонидовны. Вопросы: 1) В тексте автореферата указано, что в качестве материала для подложки могут применяться толстолистовые стали 09Г2С, 20ХГНР, 20ХНА, однако, кроме определения количества остаточного аустенита, других данных по исследованию структуры на сталях 20ХГНР и 20ХНЗА не приведено; 2) По какой причине не были использованы стандартные методики оценки коррозионной стойкости покрытия, а был использован гравиметрический метод с применением концентрированных кислот и растворов на их основе? Какими методами определяли износостойкость

покрытия? 3) Почему в раствор был введен карбид кремния, ведь, судя даже по литературному обзору автора, используется множество других добавок.

7. От ведущего научного сотрудника Лаборатории конструкционных сталей и сплавов ИМЕТ РАН, кандидата технических наук, Черногоровой Ольги Павловны. Замечание: при известной толщине покрытия не было необходимости подробно исследовать Indentation Size Effect (ISE), тем более, с проникновением в подложку, поскольку углубление при индентировании не должно превышать $\sim 1/10$ толщины покрытия. Для оценки твердости желательно было бы использовать метод измерительного индентирования с записью кривой нагружения-разгружения, позволяющей оценить максимальную глубину проникновения индентора в момент испытания.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается соответствием темы диссертационной работы соискателя профилю их научной деятельности и области научных компетенций. Оппоненты и ведущая организация широко известны своими достижениями в данной области науки, имеют публикации по исследованиям, близким к проблеме работы соискателя. Благодаря этому они способны определить научную и практическую ценность диссертации соискателя.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований *разработан* рациональный режим кристаллизационного отжига никель-фосфорного покрытия (10% P), содержащего добавки карбида кремния SiC. *Предложено* обоснование причин образования дефектов покрытия на сталях различного типа с течением времени, связанное с определением содержания остаточного аустенита в применяемой стали. Применение предложенного подхода позволит исключить получение несоответствующей продукции на финишных этапах производства дорогостоящей продукции. Экспериментально *доказана* необходимость применения нагрузки индентирования не более 100 грамм при определении микротвердости. Также *оценен* вклад Indentation Size Effect (ISE) и твердости

подложки в итоговый результат измерения микротвердости покрытия. *Определено*, что никель-фосфорное покрытие (10% Р) с дисперсными карбидами кремния SiC обладает наилучшим комплексом свойств (микротвердость, стойкость к воздействию упругих деформаций подложки и коррозионная стойкость) при содержании в его структуре не менее 60-70% фосфида никеля Ni₃P, который образуется в процессе кристаллизационного отжига.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что с использованием метода рентгеноструктурного анализа *установлена* взаимосвязь фазового состава материала покрытия со свойствами – микротвердостью и коррозионной стойкостью. С применением авторской методики поэтапного приложения нагрузки к образцу с покрытием и контролем сплошности на каждом этапе *определены* пороговые напряжения, возникающие в материале подложки, приводящие к растрескиванию покрытия. *Применительно к проблематике исследования результативно использован* набор существующих методов термодинамического анализа, исследования механических свойств и коррозионной стойкости закристаллизовавшегося никель-фосфорного покрытия. Подробно *изучены* особенности и стадии формирования свойств композитного никель-фосфорного покрытия с 10% фосфора, содержащего дисперсные карбиды кремния SiC.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что полученные научно-технические результаты *использованы* при изучении особенностей кристаллизации и формирования свойств никель-фосфорного покрытия на стальной подложке; *разработаны и внедрены* рекомендации для проектирования и конструирования узла затвора запорно-регулирующей арматуры в части применения сталей для последующего нанесения никель-фосфорного покрытия и совершенствовании технологического режима кристаллизационного отжига в условиях производства и *созданы* условия для производства бездефектной продукции в ООО «Корнет». *Представлены* закономерности образования дефектов в зависимости от содержания метастабильной фазы в структуре

стальной подложки. *Определено* максимально допустимое содержание остаточного аустенита в структуре стальной подложки составляющее не более 5%. Превышение данного показателя приводит к образованию трещин на поверхности никелированных деталей с течением времени. Причем чем выше количество остаточного аустенита, тем меньше время после проведения кристаллизационного отжига необходимо для образования дефектов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что *экспериментальные исследования* выполнены на современном оборудовании с действующей поверкой. Применение стандартных, хорошо зарекомендовавших себя методик исследования, применявшихся в других исследованиях на протяжении многих лет, а также методик, в том числе авторских, на основе стандартных, обеспечивает получение достоверных первичных данных, служащих основой для дальнейшего анализа и построения соответствующих выводов. *Теоретические результаты* согласуются с результатами других исследований, выполненных по тематике диссертационной работы, не противоречат общим концепциям и дополняют их. *Идея базируется* на данных из существующих литературных источников и практики нанесения, термической обработки и контроля никель-фосфорных покрытий в промышленных условиях. *Использовано* сравнение результатов и выводов лабораторных исследований с проведенными ранее работами. *Установлено* соответствие между предложенными автором данными с другими исследованиями, прежде всего в части рентгеноструктурного анализа, микротвердости и коррозионной стойкости никель-фосфорного покрытия после кристаллизационного отжига. Достоверность результатов исследования *подтверждена* их воспроизводимостью при производстве серийной продукции.

Личный вклад соискателя состоит в определении актуальности, цели и постановке задач исследования; в постановке плана эксперимента и подготовке образцов; получении материалов исследования – никелированных образцов и фрагментов покрытия; проведении термической обработки;

измерении микротвердости; проведении испытаний на одноосное растяжение и контроля сплошности образцов на всех этапах; моделировании процесса трещинообразования в процессе вылеживания образцов; выполнении металлографического анализа структуры; совместно с научным руководителем проведение рентгеноструктурных и электронно-микроскопических исследований; в непосредственном участии в опытно-промышленной апробации; в участии в написании и подготовке публикаций, предоставления результатов работы на научно-технических конференциях.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

1. Каков механизм влияния карбида кремния SiC на коррозионную стойкость? И как это соотносится со вторым выводом по работе, где сказано, что карбид создает барьерный эффект для образования фосфидов?

2. Что не устроило в существующих методиках изучения коррозионной стойкости и трещиностойкости, для чего применялись свои методики?

3. Почему при столь различном содержании фосфида никеля Ni₃P в покрытиях, значения их твердости имеют близкие значения?

4. Почему при рассмотрении метастабильных фаз не рассмотрено возможное влияние наличия мартенсита в подложке?

5. Почему при прогнозировании качества готовых деталей после никелирования не учитывался способ производства, производитель и состояние поставки металла?

Соискатель Полухин Дмитрий Сергеевич ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию:

1. Термин барьерный эффект в работе приведен неудачно. Это была попытка объяснить, во-первых, термоинертность карбида в покрытии, ввиду чего для образования необходимого количества фосфида никеля требуются увеличенные выдержки при низкотемпературных прогревах. А, во-вторых, присутствие

карбида кремния положительно сказывается на коррозионной стойкости покрытия за счет снижения его пористости.

2. Существующие методики определения коррозионной стойкости используют слабые для данного покрытия среды. Нами преследовалась цель исследовать коррозионную стойкость в граничных условиях. Стандарты на определение трещиностойкости не распространяются на образцы с покрытием и, кроме того, требуют предварительное нанесение надрезов, что невозможно для данного типа покрытия в кристаллизованном состоянии.

3. Потому что для достижения высокой твердости достаточно иметь в структуре покрытия 10-15% и, конечно, более фосфида никеля. Данное условие выполнено. На стоит принимать во внимание, что другие свойства, такие как трещиностойкость и коррозионной стойкость, согласно результатам работы, будут низкими.

4. В работе данные материалы не приводились по причине того, что на стадии предварительного рассмотрения гипотезы о наличии метастабильных фаз в структуре стальной подложки, была выполнена работа по нанесению покрытия на закаленные на мартенсит детали из 09Г2С. Дальнейшим наблюдением в течение 150 дней было зафиксировано отсутствие дефектов.

5. На основании результатов настоящей работы и практического опыта, ни способ производства, ни производитель, ни колебания в рамках марочного состава, ни толщина листового металлопроката не являются фактором прогнозирования конечного качества деталей, в отличие от содержания остаточного аустенита в стали.

На заседании 19.04.2023 г. диссертационный совет принял решение: за разработанные научно-обоснованные рекомендации по совершенствованию технологии кристаллизационного отжига никель-фосфорного покрытия, содержащего дисперсные карбиды кремния SiC и рекомендации по применению сталей для изготовления деталей под последующее

никелирование, присудить Полухину Дмитрию Сергеевичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 6 докторов наук по научной специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 25 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за - 20, против - 0.

Председатель диссертационного совета,
доктор технических наук, профессор

И.В. Чуманов

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат технических наук, доцент

Н.А. Шабурова



Дата оформления: 19.04.2023