

ЗАКЛЮЧЕНИЕ
ОБЪЕДИНЕННОГО ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА
99.2.039.02 (Д999.122.02)

созданного на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» и федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

аттестационное дело № _____
решение объединенного диссертационного
совета от 16.12.2022 г. № 19

О присуждении Данилову Владимиру Алексеевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Применение конфокальной лазерной сканирующей микроскопии для количественной оценки характеристик коррозии и поверхности разрушения» по специальности 2.6.17. Материаловедение принята к защите 27 сентября 2022 г. (протокол заседания № 13), объединенным диссертационным советом 99.2.039.02 (Д 999.122.02), созданным на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» Минобрнауки Российской Федерации, 443100, Самара, Молодогвардейская 244, и Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» Минобрнауки Российской Федерации, 443086, Самара, Московское шоссе, 34, приказ Минобрнауки Российской Федерации №45/нк от 30.01.2017 г.

Соискатель Данилов Владимир Алексеевич, 24.02.1992 года рождения, в 2015 году с отличием окончил очную магистратуру по направлению «Материаловедение и технологии новых материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет». В период подготовки диссертации Данилов В.А. с сентября 2017 года по настоящее время работает в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Тольяттинский государственный университет», Научно-исследовательском институте прогрессивных технологий, НИО «Лаборатория дизайна магниевых материалов» и НИО-2 «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» в должности младшего научного сотрудника.

Диссертация выполнена в Научно-исследовательском институте прогрессивных технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, профессор Мерсон Дмитрий Львович, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тольяттинский государственный университет», Научно-исследовательский институт прогрессивных технологий, директор.

Официальные оппоненты:

- Бецофен Сергей Яковлевич, доктор технических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», г. Москва, кафедра «Технологии и системы автоматизированного проектирования металлургических процессов», профессор.

- Чистопольцева Елена Александровна, кандидат технических наук, общество с ограниченной ответственностью «ИТ-Сервис», г. Самара, отдел материаловедения, начальник.

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, в своем положительном отзыве, утвержденном Филоновым Михаилом Рудольфовичем, д.т.н., профессором, проректором по научной работе, подписанном Никулиным Сергеем Анатольевичем, д.т.н., профессором, заведующим кафедрой «Материаловедения и физики прочности», указала, что разработанные в диссертационной работе методические приёмы по анализу повреждённой поверхности имеют большую значимость для науки и техники и могут служить основой для создания регламентированных методик количественной оценки поверхности разрушения и морфологии коррозионных повреждений.

Заключение содержит следующие замечания: Первая глава диссертационной работы, посвященная обзору и анализу литературных данных, несколько перегружена излишне детальным изложением некоторых вопросов. Из диссертационной работы не ясно, насколько методика оценки сопротивления разрушения с помощью характеристической площади поверхности универсальна, т. е. насколько она применима к другим маркам стали и сплавам? Хорошо известно, что сопротивление разрушению во много зависит от степени стеснённости пластической деформации по сечению образца, поэтому было бы целесообразно сопоставить степень развитости рельефа разрушения в центральной части и на периферии образца. В этой связи не вполне понятно, каким образом это учитывалось при определении величины характеристической площади поверхности в работе? Итогом сканирования поверхности разрушения методом КСЛМ является получение массива данных положений каждой точки в трёх координатах, именно благодаря использованию этого массива автору, к примеру, удалось построить гистограмму распределения фасеток хрупкого излома по углам разориентировки. Было бы интересно оценить возможность применения подобных приёмов для анализа коррозионных повреждений, например, в виде их распределения по размерам, степени вытянутости, равномерности расположения на поверхности и т. п.? В работе показано, что распределение зёрен по размерам для образцов из стали S235JR в состоянии поставки и образцов, отожжённых при 850 °С и при 950 °С (рис. 3.14, с. 96 диссертации), имеет ассиметричный характер. В этой связи было бы полезно оценить, в какой мере средние значения соответствующих выборок результатов измерения (табл. 3.3, там же) адекватно оценивают их. Химического состава стали S235JR не приведён в разделе диссертации 2.1.1.

Соискатель имеет 15 опубликованных работ по теме диссертации, в том числе 7 статей в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК и входящих в системы Scopus и Web of Science. Получено 2 патента РФ. Вклад соискателя: постановка целей и задач, участие на всех этапах исследования, личное проведение коррозионных испытаний и анализ морфологии поврежденной поверхности, интерпретация результатов и формулировка всех основных положений и выводов. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Merson E., Kudrya A.V., Trachenko V.A, Merson D., **Danilov V.**, Vinogradov A. Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscopy //Materials Science and Engineering:A. – 2016. – Vol.665. – pp.35–46.

2. Merson E., **Danilov V.**, Merson D., Vinogradov A. Confocal laser scanning microscopy: the technique for quantitative fractographic // Engineering Fracture Mechanics. – 2017. – Vol. 183. – pp. 147–158.

3. **Данилов В.А.**, Мерсон Д.Л. Количественная оценка скорости коррозии металлических материалов с помощью конфокальной лазерной сканирующей // Письма о материалах. – 2021. – Т.11. – №3. – С.291-297

4. **Danilov V.A.**, Merson D.L. On the quantitative assessment of corrosion damages of aluminum at the early stages using confocal laser scanning microscopy // Letters on Materials. – 2022. – Т. 12. – №3., pp. 261-265

На диссертацию и автореферат поступили отзывы официальных оппонентов.

В отзыве официального оппонента **Бецофена С.Я.** указаны следующие основные замечания: В пункте 4.1.5 не объяснено, почему монокристалл магния ориентирован к рабочей поверхности образца именно плоскостью 0001; В работе убедительно доказана зависимость характеристической площади поверхности от температуры испытаний, а насколько чувствителен этот параметр, например, к размеру зерна? В пункте 4.1.6 в качестве оптимального диаметра образца выбран размер 2 мм, однако при этом не оговорено до какого размера зерна испытываемого материала такой размер образца будет давать корректные результаты. Очевидно, что при размере зерна, сопоставим с размером образца, начнет в явном виде проявляться кристаллографическая зависимость коррозии; На рисунке 4.3 в подписях на осях профилограмм отсутствует информация на русском языке; В работе применительно к чистому алюминию был получен интересный результат о цикличности изменения во времени скоростей равномерной и локальной коррозии. Однако исследование проведено только на базе 160 суток, поэтому не ясно, сохраняется ли эта тенденция в дальнейшем.

В отзыве официального оппонента **Чистопольцевой Е.А.** сформулированы следующие замечания: Автором использовался конфокальный лазерный сканирующий микроскоп фирмы Olympus. Возможно ли использование разработанных процедур на аналогичном оборудовании других фирм? Проводилась ли сравнительная оценка величины характеристической площади поверхности с долей вязкой составляющей по ГОСТ 4543? Возможно ли применение разработанной методики для анализа поверхности разрушения стандартных образцов, выполненных по ГОСТ? В оформлении автореферата и текста диссертации есть ряд неточностей и недочётов, а именно: для параметра R_s используется несколько формулиро-

вок: характеристическая площадь, нормированная и приведённая площадь. При использовании параметров следует придерживаться единой терминологии; параметр R_s это безразмерная величина, на рисунке 5 автореферата данный параметр имеет размерность – мкм.

На автореферат поступили 10 положительных отзывов от: И.А. Панченко, к.т.н., заведующей лабораторией электронной микроскопии и обработки изображений, доцента кафедры менеджмента качества и инноваций ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный институт» (г. Новокузнецк); Е.Ю. Приймак, к.т.н., заведующей лабораторией металловедения и термической обработки АО «Завод бурового оборудования» (г. Оренбург); А.А. Дмитриевского, д.ф.-м.н., директора Центра коллективного пользования научным оборудованием «ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина» (г. Тамбов); И.Р. Кузеева, д.т.н., профессора, заведующего кафедрой «Технологические машины и оборудование» ФГБОУ ВО «Уфимский государственный нефтяной технический университет» (г. Уфа); А.В. Макарова, д.т.н., член-корреспондента РАН, заведующего отделом материаловедения и лабораторией механических свойств, ФГБНУ Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральское отделение РАН (г. Екатеринбург); Р.З. Валиева, д.ф.-м.н., профессора, директора Научно-исследовательского института физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» (г. Уфа); М.В. Маркушева, д.т.н., заведующего лабораторией «Материаловедение и технологии лёгких сплавов» ФГБНУ Института проблем сверхпластичности металлов РАН (г. Уфа); А.М. Лидера, д.т.н., профессора, заведующего кафедрой – руководителя отделения экспериментальной физики Инженерной школы ядерных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (г. Томск); О.Ю. Еренкова, д.т.н., профессора, заведующего кафедрой «Химия и химические технологии» ФГБОУ ВО «Тихоокеанский государственный университет» (г. Хабаровск); Э.А. Дмитриева, д.т.н., доцента, ректора ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный университет (г. Комсомольск-на-Амуре).

В замечаниях указано: В автореферате не описаны методы количественного определения как самой введённой новой величины – характеристической площади поверхности R_s , так и её погрешности. Масштаб изображения, представленных на рис. 1 и рис. 2, нечитаемый, что затрудняет сравнительный анализ рельефов поверхности разрушения, полученных с использованием различных объективов; В качестве дискуссионного вопроса предлагается оценить перспективу использования полученных результатов в производственных условиях, когда получить образцы для исследования не представляется возможным. Возможно ли проводить анализ на компактных образцах, отобранных с поверхности, как это делается в реакторах атомных электростанций; В методиках не описана статистика исследований по каждой точке касемо всех видов испытаний. Для оценки параметров скорости коррозии с помощью метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии автор указывает оптимальный размер круглых образцов диаметром 2 мм, но учитывались ли, что в кристалле диаметром 2 мм могут не присутствовать дефекты кристаллической решётки, как границы зёрен, ведь коррозия в этих местах идёт интенсивнее; На рис. 5 значения характеристической площади поверхности приведены в мкм, хотя, судя по определению, она вроде бы безразмерная. Отсутствуют сравнительные данные по измерению скорости коррозии методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии образцов в шлифе и без заливки; Не рассмотрена возможность применения предложенного количественного критерия рельефа

поверхности, характеризующего вязкость разрушения, для методов исследования морфологии поверхности отличных от конфокальной лазерной сканирующей микроскопии; В автореферате отсутствует информация о каком-либо внедрении результатов работы. В тексте автореферата отсутствует обоснование выбора материалов и соответствующих агрессивных сред для проведения экспериментальных исследований; В автореферате не указано, чем обоснован выбор материалов для исследования в комбинации Российских и зарубежных аналогов. Было бы не менее информативно представить результаты применения предложенного метода количественного анализа поверхности разрушения для исследования поверхности стали одного химического состава, подверженной различным видам обработки, приводящей к существенному изменению их показателей механических свойств. Из содержания автореферата не ясно, проводилось ли исследование влияние параметров очистки изображений от шума на полученные данные по углам разориентировки фасеток скола?

Все отзывы положительные, отмечают актуальность темы диссертации, научную новизну и практическую значимость основных положений работы, соответствие диссертационной работы Данилова В.А. требованиям Положения о присуждении ученых степеней, а её автор – Данилов В.А. заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой компетентностью в области исследования механизмов разрушения и анализа коррозионных повреждений металлических материалов, что подтверждается публикациями в научных изданиях в сфере исследования соискателя, а также наличием в ведущей организации диссертационного совета по данной научной специальности.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **введен** количественный параметр - характеристическая площадь поверхности, позволяющий проводить оценку вязкой (хрупкой) составляющей поверхности разрушения.
- **предложен** комплекс новых процедур по получению и последующей обработке 3D снимков поверхности разрушения образцов после механических испытаний;
- **доказано**, что предварительная пластическая деформация низкоуглеродистой стали приводит к увеличению кривизны и среднего угла разориентировки фасеток скола, а также характеристической площади поверхности излома, сформированной в процессе разрушения образцов при ударном нагружении при температуре жидкого азота;
- **предложен** комплекс методических аспектов проведения и оценки результатов коррозионных испытаний с применением метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- **доказано**, что разработанная совокупность методических приемов позволяет при минимальной трудоемкости проводить количественный анализ трехмерного рельефа поверхности разрушения с достаточной разрешающей способностью;
- **установлена и изложена** корреляция поведения зависимостей характеристической площади и ударной вязкости от температуры испытаний низкоуглеродистой стали;
- **раскрыта и изучена** стадийность и взаимосвязь общей и локальной коррозии технически чистого алюминия;

- **установлено и доказано** наличие зависимости среднего угла разориентировки и кривизны фасеток скола в изломе низкоуглеродистой стали от величины предварительной пластической деформации.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- **разработана и внедрена** в ООО «ССДЦ «Дельта» методика определения параметров коррозионных повреждений с помощью метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии для количественной оценки характеристик коррозии и поверхности разрушения сварных соединений;

- **разработаны методические приёмы** на основе метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии, позволяющие проводить количественный анализ трехмерного рельефа поверхности разрушения, результаты которого чрезвычайно востребованы в практике фрактографических исследований, и осуществлять количественную оценку как общей, так и локальной коррозии.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- **экспериментальные результаты** получены на современном научно-исследовательском оборудовании с использованием аттестованных методов и методик, с применением сертифицированного оборудования и современного программного обеспечения;

- **теория** основана на известных базовых положениях и постулатах науки о фрактурологии и коррозии металлов и сплавов;

- **идея** базируется на анализе и обобщении материалов научных статей отечественных и зарубежных учёных о существующих методах исследования повреждённой поверхности;

- **использованы** современные методики сбора и обработки информации, представленные выборочные совокупности с обоснованием выбора объектов и методов исследования.

- **установлено** качественное и количественное совпадение полученных экспериментальных и теоретических результатов между собой и с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике.

Личный вклад соискателя состоит в: постановке целей и задач, разработке методологии исследования, интерпретации результатов и формулировке всех основных положений, определяющих научную новизну и практическую значимость работы. Основные эксперименты выполнены в творческих коллективах, что отражено в составе авторов опубликованных работ.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания: 1) Что представляют собой фильтры, которые отсекают шумы? 2) Как определялось направление (угол) фасеток скола при исследовании углов разориентировки? 3) Как определялся объём прокорродировавшего металла? 4) Почему при сравнительной оценке методики оценки скорости коррозии с помощью КЛСМ соответствие данных хуже с объёмным методом, чем с массовым? 5) Почему коррозия на границе шлиф-заливка в заливках отличных от полиэтилена идёт интенсивнее? 6) Как объясняется большая погрешность параметра характеристической площади поверхности в области нуля при испытаниях на одноосное растяжение? 7) С чем связаны экстремумы на графике средней, локальной скорости от времени испытания на алюминии высокой чистоты А95?

Соискатель Данилов В.А. ответил на высказанные в ходе заседания замечания и привел собственную аргументацию: 1) В данном приборе представлены цифровые фильтры, которые после съёмки с помощью различных алгоритмов обнаруживают оптические шумы и удаляют их; 2) При выделении нужной фасетки оператором, программа находит нужные координаты точки в массиве данных и вычисляет угол фасетки и углы между смежными фасетками; 3) Объём прокорродировавшего металла определялся по уносу металла ниже базовой плоскости заливки (нулевой); 4) расхождение связано, по видимому, с тем, что не весь объём водорода был зарегистрирован в бюретках, часть водорода могла раствориться в коррозионной жидкости; 5) ускоренная коррозия на границе шлиф-заливка связан с наличием вредных примесей в большинстве заливок, создающих гальваническую пару и ускоряющих коррозию; 6) Данный разброс связан с переходной областью (смешанный характер разрушения) и характер для данной области при испытаниях на ударный изгиб; 7) Экстремумы на графике скорости коррозии от времени испытания связаны с зарождением питтингов, затем с их пассивацией, стабилизацией роста питтингов, затем снова с зарождением новой порции питтингов и т.д. по кругу (циклически).

На заседании 16 декабря 2022 года диссертационный совет принял решение присудить Данилову Владимиру Алексеевичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение за решение задачи разработки цифровой технологии количественной оценки характеристик механического и коррозионного разрушения материалов на основе конфокальной лазерной сканирующей микроскопии трёхмерного рельефа поверхности, имеющей значение для развития материаловедения.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 8 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за 16, против 0.

Заместитель председателя
диссертационного совета
99.2.039.02 (Д 999/122.02)



Амосов Александр Петрович

Амосов Александр Петрович

Секретарь диссертационного
совета 99.2.039.02 (Д 999/122.02)

Луц Альфия Расимовна

Луц Альфия Расимовна

16 декабря 2022 г.