

О Т З Ы В

официального оппонента **Емелюшина Алексея Николаевича**, доктора технических наук, профессора, профессора кафедры «Литейные процессы и материаловедение» ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» на диссертационную работу Полухина Дмитрия Сергеевича «Структура и свойства композитного никель-фосфорного покрытия, термообработанного по разным режимам», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

1. Актуальность темы диссертационной работы.

Повышение коррозионной стойкости нефтепромыслового оборудования является актуальной задачей нефтяной промышленности. В настоящее время добыча нефти на освоенных и, особенно на новых месторождениях связана с интенсификацией работы оборудования и его основных узлов, в частности запорной арматуры, что приводит к уменьшению межремонтного периода эксплуатации традиционного нефтедобывающего оборудования, а постоянное усложнение условий добычи также сокращает сроки эксплуатации. Основными причинами, приводящими к выходу из строя запорного оборудования, являются коррозионное разрушение.

Для нефтехимического оборудования характерно наличие агрессивной среды, поэтому для запорной арматуры, как и для многих других узлов нефтехимического оборудования, необходимым условием длительной работы является высокая коррозионная стойкость.

Методов защиты от коррозии существует достаточно много, но все они имеют те или иные недостатки, ограничивающие их применение. Работы по повышению эксплуатационной стойкости нефтяного оборудования ведутся как в Российской Федерации, так и за рубежом, но имеющихся данных по исследованию и созданию покрытий существенно продлевающих сроки эксплуатации узлов в коррозионных средах недостаточно. В связи с этим работа Полухина Д.С., направленная на повышение защитных свойств композитного никель-фосфорного покрытия является актуальной.

2. Структура, объем, форма изложения диссертации

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)» (ФГАОУ ВО ЮУрГУ (НИУ)).

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав основной части, заключения, списка использованных источников, включающего 101 наименование. Объем работы – 132 страницы машинописного текста, включая 59 рисунков, 13 таблиц и приложения, содержащего акт внедрения результатов работы.

По теме диссертации опубликовано 7 работ, из них 3 - в изданиях, рекомендованных ВАК. Выступления Полухина Д.С. с докладами на двух Международных научно-практических конференциях свидетельствуют о том, что его работы известны научной общественности.

3. Краткое содержание работы

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы; отмечена степень разработанности темы исследования; сформулированы цель и задачи исследова-

ния; научная новизна; теоретическая и практическая значимость работы; методология и методы исследования; приведены основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации носит обзорный характер, в ней проведен анализ состояния вопроса по вопросу нанесения и исследования никель-фосфорных покрытий. Рассмотрены основные компоненты электролитов для химического никелирования. Выявлено, что часовая выдержка при температуре 400 °С приводит к значительному увеличению твердости покрытия - до 1000 – 1200 HV.

Проанализированы изменения свойств в зависимости от вариантов используемых электролитов. Показано, что введение в состав покрытий дисперсных добавок, таких как SiC, TiC и других увеличивает прочностные свойства.

Сравнить влияние различных добавок на изменение свойств покрытий для практического применения автору не удалось ввиду ограниченности литературных данных. Отмечается, что, несмотря на накопленный практический опыт нанесения никель-фосфорных покрытий, необходимо и дальше совершенствовать технологию в условиях производства, проводить выяснение причин образования дефектов покрытия и методов их устранения.

На основе проведенного анализа литературы сформулирована цель работы, которая заключается в установлении фазового состава композитных никель-фосфорных покрытий с частицами карбидов кремния, формирующегося при термической обработке для обеспечения высокой микротвердости и высокой коррозионной стойкости в различных агрессивных средах при отсутствии поверхностных дефектов.

Во **второй главе** приведены основные методы и оборудование, применяемые при выполнении исследований и испытаний.

В работе определяли химический и фазовый состав стали и никель-фосфорного покрытия; проводили испытания микротвердости; определяли механические свойства покрытия при одноосном растяжении. Проводили микроструктурные, электронно-микроскопические и рентгеноструктурные исследования. Исследовали трещиностойкость и коррозионную стойкость никель-фосфорных покрытий.

Третья глава посвящена экспериментальному выбору испытательной нагрузки, используемой при определении микротвердости никель-фосфорного покрытия толщиной 60 мкм методом Виккерса по ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 с учетом действующего метрологического законодательства.

Сделан вывод о том, что с учетом действующей нормативной документации следует применять нагрузку 100 г, а в случае продавливания покрытия необходимо снижать нагрузку до 50 г.

В **четвертой главе** представлены результаты исследования влияния режима кристаллизационного отжига на фазовые превращения, протекающие в никель-фосфорном покрытии. Выявлены размеры областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей, исследовано влияние отжига на микротвердость покрытия. Произведена оценка коррозионной стойкости покрытия после термической обработки по разным режимам. Определен характер влияния карбида кремния в составе покрытия на коррозионные свойства. Выполнен анализ стойкости Ni-P+SiC покрытия к образованию трещин при растяжении.

Установлено, что наличие метастабильного аустенита в стальной подложке приводит к увеличению склонности к трещинообразованию и снижению качества покрытия.

Определены технологические режимы термической обработки, позволяющие исключить образование дефектов в закристаллизовавшемся покрытии.

4. Оценка степени научной новизны результатов диссертации

В диссертационной работе автором получены следующие новые научные результаты:

1. Установлено, что для достижения высокой, требуемой по техническим условиям более 1000 HV, твердости композитного никель-фосфорного покрытия с дисперсными карбидами кремния необходимо наличие в структуре 10 – 15 % фосфида никеля Ni_3P . В то же время для обеспечения в сочетании с высокой микротвердостью высокой коррозионной стойкости в концентрированных серной, азотной, уксусной, ортофосфорной, соляной кислотах и в растворах на их основе требуется 60 – 70 % Ni_3P .

2. Впервые изучено и определено, что содержание остаточного аустенита в стальной подложке, обусловленное проведением предшествующих технологических операций у производителя листового металлопроката, может являться критерием прогнозирования качества покрытия после его термической обработки по показателю сплошности. При содержании метастабильной фазы до 4% дефекты покрытия отсутствуют, при 4 – 7 % остаточного аустенита дефекты могут образоваться в течение 1 – 4 недель, а при содержании более 7 % – дефекты выявляются после термической обработки.

5. Практическая значимость и использование результатов

Выявлены ограничения в применении машиностроительных сталей для химического никелирования. Рассмотрены особенности нанесения покрытия на сталь, определены факторы, при воздействии на которые можно устранять растрескивание после термической обработки.

В результате выполнения диссертационных исследований разработан и передан для внедрения в производство на предприятие ООО «Корнет» г. Челябинск режим термической обработки деталей, формирующий в покрытии необходимую структуру, стойкость к воздействию агрессивных сред и гарантирующий требуемую твердость не менее 1000 HV.

6. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов, рекомендаций, заключений и выводов

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов, сформулированных в диссертационной работе, обеспечены корректной постановкой задачи, применением аттестованных методик исследований и проведением экспериментов на современном оборудовании, значительным количеством лабораторных экспериментальных данных, их сопоставлением с результатами других авторов, и практическим применением на промышленном предприятии.

7. Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям и паспорту специальности

Диссертация соискателя характеризуется внутренним единством и направленностью, подчинена общей цели, объединена научной идеей. Полученные результаты соответствуют научной цели диссертации. Положения и результаты диссертации обладают научной новизной и практической значимостью. Все результаты, полученные в диссертации, относятся к области ранее не решенных вопросов в исследовании проблемы установления фазового состава композитных никель-фосфорных покрытий с частицами карбида крем-

ния, формирующихся при термической обработке, сопровождающейся кристаллизацией, которая обеспечивает высокую микротвердость (более 1000 HV) и высокую коррозионную стойкость в различных агрессивных средах и отсутствие поверхностных дефектов.

Публикации имеют высокий уровень и отражают основное содержание диссертации. Диссертация соответствует паспорту специальности: - 2.6.1 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (пп. 2, 7 и 8).

8. Замечания по диссертационной работе

1 Количество задач, которые должны быть решены в работе излишне. Обычно 1 задача – 1 глава.

2 Текст задач, решаемых в диссертационной работе, несколько различается в тексте работы и автореферате (см. п. 3 и 5).

3 В разделе Методология и методы исследования перечислены методы, методология не отражена.

4 Пункт 3 о теоретической и практической значимости работы не корректен, поскольку вопросы нанесения покрытия на сталь в работе не рассматривались. Исследовались процессы, протекающие в уже нанесенном покрытии.

5 Глава 1 (обзор литературы) слишком велика – 50% диссертации. Но из нее не понятно, для каких изделий разрабатывается предлагаемое в работе покрытие и не приводятся данные о преимуществах разрабатываемого никель-фосфорного покрытия перед другими покрытиями. А поскольку в работе не проводились какие-либо испытания покрытий на изнашивание, раздел 1.5 в обзоре литературы представляется излишним.

6 В главе 2 представлена последовательность операций по подготовке поверхности и нанесению покрытий, но не описана технология получения покрытий: состав, концентрация и дисперсность реагентов NiP и SiC, температурные и временные режимы, как проводилась подготовка поверхности, наносился ли подслои?

7 Раздел 2.5.2 логичнее было объединить с главой 3, поскольку обычной практикой измерения твердости поверхности покрытий методом Виккерса (ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007) является подбор нагрузки, которая при определенной толщине покрытия выбирается по ожидаемой твердости, а если покрытие продавливается, то нагрузка должна быть снижена, что и отражено в выводах по 3 главе.

8 В разделе 2.5.3. описан авторский метод определения интервала трещинообразования при использовании ГОСТ 1497-84 (Методы испытаний на растяжение). Возникает вопрос: По каким причинам не провели определения трещиностойкости металлов по ГОСТ 25.506-85 по стандартным методикам?

9 На стр. 79-80 приведены средние твердости покрытий после термической обработки (7 температур и 4 выдержки) и выбраны значения твердости выше 1000 HV₀₁, что вполне правомочно, но эти значения не могут считаться оптимальными, поскольку не была определена целевая функция, не указано по каким критериям и каким методом проводилась оптимизация. Выбранные в работе режимы лучшие из рассмотренных, но их нельзя называть оптимальными, а значит задача №5, указанная в диссертации, полностью не решена.

10 Не понятно на основании каких исследований сделан вывод об ориентации частиц SiC (Стр. 86, рис. 38.)?

11 В разделе 4.2.2. указано, что детали трубопроводной арматуры, как правило, изготавливаются из сталей 09Г2С, 10ХСНД, 20ХНЗА, 40ХН2МА, 40Х и т.д. в состоянии поставки, обеспечивающим требуемые свойства. Значит, эти стали термически не обрабаты-

вались, и закалки не подвергались и остаточного аустенита в них не должно быть, по крайней мере, в тех количествах, которые могли бы значительно изменить свойства подложки при нагреве до 400 градусов. Таким образом, считаю, что необходимо пояснить цель исследования влияния остаточного аустенита на количество дефектов в покрытии.

12 Ожидаемый экономический эффект от внедрения результатов работы явно завышен, поскольку в расчете не учтена цена 84 тонн стали 12ХН4МБД при простой сдаче ее в металлолом.

Заключение

Отмеченные замечания не изменяют общей положительной оценки диссертационной работы и не снижают ее научной и практической ценности, а лишь подчеркивают сложность решаемых в работе задач.

Диссертационная работа Д.С. Полухина является законченной научно-квалификационной работой, содержащей решение важной научной задачи – повышение защитных свойств композитного никель-фосфорного покрытия, на основе установления фазового состава композитных никель-фосфорных покрытий с частицами карбидов кремния, формирующегося при термической обработке для обеспечения высокой микротвердости и коррозионной стойкости в различных агрессивных средах.

Полученные результаты позволили Полухину Д.С. выявить особенности формирования никель-фосфорного покрытия на стали и определить факторы, способствующие снижению растрескивания покрытия в результате термической обработки и разработать режим термической обработки деталей, формирующий необходимую структуру покрытия с требуемой твердостью не менее 1000 HV стойкую к воздействию агрессивных сред.

Результаты работы были переданы для внедрения в производство на предприятии ООО «Корнет» г. Челябинск.

Автореферат достаточно полно отражает содержание диссертационной работы.

Диссертационная работа Д.С. Полухина представляет собой законченную научно-квалифицированную работу, полностью соответствующую требованиям пункта 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 года (в редакции от 01.10.2018 года), а ее автор, Полухин Дмитрий Сергеевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент,
доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Литейные процессы
и материаловедение» ФГБОУ ВО «Магнитогорский
государственный технический
университет им. Г.И. Носова»
27.03.2023г.

Емелюшин Алексей Николаевич.

Согласен на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку.

Специальность, по которой защищена диссертация: 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Адрес почтовый и электронный: 455000, г. Магнитогорск, Челябинской области, Ленина, 38. emelushin@magtu.ru

