



А К Ц И О Н Е Р Н О Е О Б Щ Е С Т В О
РУССКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ТРУБНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Новороссийская ул., д. 30
г. Челябинск, Россия, 454139
Тел.: +7 (351) 225-02-22
Факс: +7 (351) 734-70-60
E-mail: secretariat@rosniti.ru
www.tmk-group.ru; www.rosniti.ru

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор АО «РусНИТИ»,

доктор технических наук

И.Ю. Пышминцев

« 24 » марта 2023 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию 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»

Актуальность темы работы.

Использование покрытий обусловлено необходимостью защиты деталей от воздействия окружающей среды. Полимерные покрытия могут обеспечить защиту изделий без обеспечения эксплуатационных свойств, таких как микротвердость и износостойкость, а также имеют ограниченное применение при изготовлении деталей внутреннего контура агрегатов, где обеспечение прецизионных размеров и последующей сборки. Металлизированные покрытия в большей степени удовлетворяют описанным выше требованиям. В зависимости от используемой химической основы материала покрытия формируется соответствующий комплекс свойств. Цинкование, кадмирование, алитирование, хромирование и никелирование – одни из немногих примеров металлизированных покрытий, последние 2 из которых обеспечивают достижение высокого уровня микротвердости поверхности с сохранением прецизионных размеров деталей. Применение хромовых покрытий сокращается по причине высокой нагрузки на экологию, и они замещаются покрытиями на основе никеля.

Актуальность диссертационной работы состоит из нескольких аспектов, таких как – экологическая и энергетическая безопасность, а также снижение зависимости от импорта оборудования и технологии из-за рубежа. Тенденциями в критериях

и уровнях качества оборудования, используемого в топливно-энергетическом комплексе. Использование несовершенных, разработанных десятки лет назад и действующих по настоящее время, стандартизированных методик определения микротвердости тонких покрытий с твердостью более 1000HV может приводить к порче изделий на финишных этапах контроля. К аналогичному результату может приводить использование неподходящего под технологический процесс никелирования материала подложки. Каких бы то ни было критериев, позволяющих спрогнозировать качество готового изделия до настоящей работы предложено не было.

Структура и содержание диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка цитируемой литературы и приложения, содержащего акт внедрения результатов работы. Объем диссертации составляет 132 страниц, библиографический список состоит из 101 наименования.

Первая глава посвящена анализу изученных вопросов нанесения и испытания никель-фосфорных покрытий, зависимостям свойств от используемых в качестве дисперсной присадки материалов. Показано что, несмотря на значительный интерес к обозначенным аспектам со стороны зарубежных исследователей, где выпускается в год более 700 работ, посвященных тематике никель-фосфорных покрытий, на территории Российской Федерации таких работ не более 20 в год, большинство из которых посвящено теме нанесения покрытия, но не исследованиям структуры и свойств. В связи с этим затруднен поиск информации для развития и совершенствования технологии в условиях реального производства.

Проведен анализ отечественной и иностранной литературы по влиянию способа нанесения Ni-P+SiC покрытий на формируемые свойства в исходном состоянии и после проведения термической обработки. Установлено улучшение всех служебных характеристик – микротвердости, износостойкости и коррозионной стойкости в результате её проведения. Выявлены зависимости свойств покрытия от присутствия в составе электролита дисперсной присадки в виде карбидов, нитридов, оксидов, боридов или сульфидов переходных металлов, а также частиц на основе углерода. Большинство из обозначенных присадок улучшают свойства как исходных, так и термообработанных покрытий. Несмотря на различную природу и принцип действия независимыми друг от друга исследователями получены аналогичные результаты.

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

В третьей главе осуществлен выбор испытательной нагрузки, используемой при определении микротвердости никель-фосфорного покрытия толщиной 60 мкм методом Виккерса с учетом действующего метрологического законодательства и выполнено его обоснование.

В четвертой главе представлены результаты исследования процесса кристаллизации никель-фосфорного покрытия и формируемого в результате термической обработки фазового состава. Исследовано влияние режима кристаллизационного отжига на размеры областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей, величину и размах получаемых значений микротвердости. Произведена оценка стойкости материала покрытия, подвергнутого различным режимам термической обработки, к воздействию крайне агрессивных сред в виде концентрированных серной, уксусной, ортофосфорной и азотной кислот, а также их растворов. Определен характер влияния добавки дисперсной присадки в виде карбида кремния в составе покрытия на коррозионные свойства. Выполнен анализ стойкости Ni-P+SiC покрытия к образованию трещин в результате воздействия растягивающей нагрузки, имитирующей упругие напряжения подложки, вызванные структурными изменениями в процессе кристаллизационного отжига. Установлена зависимость интервала трещинообразования покрытия от фазового состава. Экспериментально подтверждено наличие трех групп машиностроительных сталей по склонности к трещинообразованию нанесенного на них никель-фосфорного покрытия и определены технологические режимы термической обработки, позволяющие исключить образование дефектов в закристаллизовавшемся покрытии.

В заключении диссертационной работы по результатам проведенных исследований автором сформулированы основные выводы, отвечающие на все поставленные задачи, свидетельствующие о достижении цели.

Научную новизну представляют следующие результаты диссертации:

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 Ni₃P. 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 % Ni₃P.

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 ($\gamma_{ост}$) дефекты могут образоваться в течение 1 – 4 недель, а при содержании более 7 % – дефекты выявляются после термической обработки.

Практическая значимость диссертационной работы заключается в том, что подробно изучены особенности и стадии формирования свойств внедренного никель-фосфорного сплава с 10% масс. фосфора. Установлена взаимосвязь фазового состава материала покрытия со свойствами – микротвердостью и коррозионной стойкостью. Определены пороговые упругие напряжения, возникающие в материале подложки, приводящие к растрескиванию покрытия. Выявлены ограничения химического никелирования для машиностроительных сталей для. Рассмотрены особенности нанесения покрытия на сталь, определены факторы, способствующие растрескиванию в результате термической обработки.

Разработан режим термической обработки деталей, формирующий оптимальную структуру, стойкость к воздействию агрессивных сред и гарантирующий приемлемый и воспроизводимый с учетом установленной неопределенности измерений уровень твердости 1050 HV (необходима выдержка 2 часа при температуре 390 °С).

Авторские методы, примененные автором диссертационной работы, представляют практический интерес для их воспроизведения при использовании других металлических покрытий, результаты чего будут представлять ценность для развития металловедения покрытий.

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается определяется применением комплекса современного научно-исследовательского оборудования и измерительных приборов с действующей поверкой, комплекса современных методов исследования, воспроизводимостью и непротиворечивостью результатов, полученных различными методами.

Основные результаты диссертационной работы были представлены на конференциях:

1. XLVIII Международная научно-практическая конференция «Вопросы технических и физико-математических наук в свете современных исследований», 21 февраля 2022 года, Новосибирск, 2022.
2. Международная научно-практическая конференция «Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование 2022» (ICMSSTE 2022), 16 – 19 мая 2022, Симферополь, 2022

Автореферат и публикации достаточно полно отражают содержание, новизну и выводы работы.

По диссертации имеются следующие вопросы и **замечания**:

1. В задачах работы отсутствует необходимость исследования трибологических характеристик композитного никель-фосфорного покрытия, содержащего дисперсные карбиды кремния, подвергнутого разным режимам термической обработки. В то же время в первой главе достаточно широко рассмотрены результаты отечественных и иностранных исследователей в данной области знаний.

2. Использованный метод определения коррозионной стойкости не стандартизирован. По какой причине не использовались стандартные методики и как обеспечена метрологическая достоверность результатов измерений?

3. С какой целью в главе 4.2.2 взяты образцы в закаленном состоянии, в то время как реальные детали в данном структурном состоянии не используются? Что подразумевается под «исходным состоянием» стальной подложки?

4. Термин «Барьерный эффект» для роли применения добавок SiC в расплаве не вполне удачен, поскольку обычно предполагает разделение реагирующих компонентов, создание барьера для их взаимодействия. В работе, напротив, речь идет об ускорении процесса выделения фосфидов, насколько обоснован использованный термин?

Перечисленные замечания ни коем образом не снижают важности и общей положительной оценки, представленной на рассмотрение диссертационной работы.

Заключение. Диссертационная работа Полухина Дмитрия Сергеевича «Структура и свойства композитного никель-фосфорного покрытия, термообработанного по разным режимам» 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»

Результаты исследований, представленные в диссертации, вносят существенный вклад в решение актуальной проблемы обеспечения экологической и энергетической безопасности Российской Федерации, контроля сдаточных характеристик тонких и сверхтвердых металлических покрытий, подбора стали с целью изготовления деталей для последующего никелирования деталей узла затвора запорно-регулирующей арматуры в условиях ООО «Корнет». Материалы диссертации обладают научной новизной, теоретической и практической значимостью и вносят вклад в развитие теории и технологии нанесения композитных никель-фосфорных покрытий.

Диссертационная работа соответствует критериям, установленным пп. 9-14 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г., а ее автор Дмитрий Сергеевич Полухин, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Отзыв подготовили доктор технических наук, заместитель Генерального директора по научной работе АО «РусНИТИ» Космацкий Ярослав Игоревич и заведующий лабораторией физико-химических методов анализа ООО «ИЦ ТМК» Гольшев Андрей Сергеевич.

Диссертация и отзыв обсуждены на заседании объединенного научно-технического совета Акционерного общества «Русский научно-исследовательский институт трубной промышленности» (АО «РусНИТИ») и Общества с ограниченной ответственностью «Исследовательский центр ТМК» (ООО «ИЦ ТМК») (протокол № 2 от 09.03.2023 г.).

Заместитель Генерального директора
по научной работе,
доктор технических наук

Космацкий Ярослав Игоревич
Тел. +7 (351) 225-02-22, доб. 18803
Адрес электронной почты
kosmatski@rosniti.ru

Заведующий лабораторией
физико-химических методов анализа

Гольшев Андрей Сергеевич
Тел. +7 (495) 775-76-00, доб. 12663
Адрес электронной почты
andrey.golyshev@tmk-group.com

Ученый секретарь

Лифанов Виктор Яковлевич
Тел. +7 (351) 225-02-22, доб. 18802
Адрес электронной почты
secretariat@rosniti.ru

Подписи: Космацкого Я.И., Гольшева А.С., Лифанова В.Я. удостоверяю.
Менеджер по персоналу АО «РусНИТИ» Ляпина М.Э.

