

## УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям  
федерального государственного  
бюджетного образовательного  
учреждения высшего образования  
«Саратовский государственный  
технический университет имени  
Г.А.Гарина (СГТУ)»



Фомин А.А.

*А.А. Фомин* 2021 г.

## ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

о научно-практической ценности диссертации Кулеминой Алёны Александровны на тему: «Особенности структурных и фазовых превращений, протекающих при получении и отжиге электролитических покрытий, для обеспечения их защитных свойств», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

### Актуальность темы диссертации

Диссертационная работа Кулеминой А.А. посвящена решению актуальной научной проблемы, связанной с повышением коррозионной стойкости нефтепромыслового оборудования месторождений Западной и Восточной Сибири.

В современной нефтегазовой отрасли проблема борьбы с коррозией является приоритетной. Существует много способов борьбы с коррозией. Одним из наиболее эффективных и дешевых способов противокоррозионной защиты является электролитическое осаждение покрытий. Тем не менее широкого применения в нефтегазовой отрасли защитные покрытия не нашли, в виду специфических природно-климатических условий эксплуатации оборудования. Имеется достаточно большое количество работ, в которых рассматривается влияние параметров электроосаждения покрытий на структуру и коррозионные свойства, определяемые в стандартных средах, в реальных же природно-климатических условиях испытаний покрытий не проводилось.

Таким образом, целесообразным явилось проведение исследований в реальных средах попутно добываемых вод нефтяных месторождений Западной и Восточной Сибири. Это позволило автору получить новые данные о механических и коррозионных свойствах электролитических покрытий металлами и сплавами, расширив в результате область их применения. Следует отметить, что автором рассмотрена малоизученная проблема изменения структуры и свойств гальванических покрытий при термической обработке. Тема диссертационной работы Кулеминой А.А. по своему содержанию является актуальной так как отвечает потребностям организаций, нуждающихся в новых методах эффективной защиты оборудования от коррозии. Приведенные в ней результаты имеют реальную научную и практическую ценность.

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО В ОТДЕЛЕ ДЕЛОПРОИЗВОДСТВА	
ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова»	
за № _____	_____
Дата регистрации	18.05.2021
Фамилия регистратора	_____

## **Оценка структуры и содержания работы**

Все представленные материалы оформлены в соответствии с требованиями, предъявляемыми к оформлению диссертаций и других документов на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Автореферат и опубликованные работы в полной мере отражают содержание основных разделов диссертации.

Диссертация, изложенная на 133 страницах и включает 13 таблиц, 36 рисунков и список использованных источников из 150 наименований; акты апробации и внедрения результатов работы представлены в 3-х приложениях на 10 страницах.

Структура диссертации: введение, 4 главы, заключение, список литературы, приложения.

Во введении обоснованы актуальность и значимость выбранной темы, степень ее разработанности, охарактеризованы научно-методические пути ее решения.

В первой главе выполнен обзор и проведен критический анализ научно-технической литературы, касающийся особенностей структуры электроосажденных металлов и сплавов, их дисперсности, дефектам кристаллического строения, способов формирования и термической обработки.

Во второй главе приведены методики получения покрытий, а также методы их исследования.

В качестве объекта исследования использовали гальванические покрытия, традиционно применяемые для защиты от коррозии, такие как Zn, Cd, Cr, Ni, а также сплавы Ni-Mo различного состава, являющиеся перспективными для защиты от коррозии.

Третья глава посвящена исследованиям структуры и свойств электроосажденных металлов - хрома, никеля, цинка и кадмия.

В четвертой главе изучена структура и свойства электролитических сплавов на основе никеля. Приведены результаты математического моделирования и статистического факторного анализа.

В заключении сформулированы обобщающие результаты и выводы по проблеме проведенного исследования, а также перспективы дальнейших работ.

Структура диссертации сформирована в соответствии с поставленными задачами с учетом соблюдения логической последовательности и причинно-следственной взаимосвязи элементов исследуемых проблем и объектов.

### **Научная новизна**

В числе основных результатов, сформулированных в положениях, выносимых на защиту и обладающих научной новизной, можно отметить следующие:

- Экспериментально получены и научно обоснованы закономерности изменения структуры и свойств покрытий в процессе электроосаждения и термической обработки.

- Установлено, что в металлах с относительно высокими температурами плавления, осажденных при жестких режимах электролиза вблизи предельного тока при  $0,9 E_{пр}$ , формируется ячеистая структура; при перенапряжениях катода ниже  $(0,7-0,6) E_{пр}$  границы представляют собой уже плоские дислокационные

стенки, при  $E < 0,33 E_{пр}$  осажденные покрытия характеризуются монокристаллической структурой.

- Показано, что отжиг покрытий приводит к трансформации их структуры. Если отжигу подвергаются металлы с комбинированным критерием  $K_p$  в интервале от 7 до 40, электроосажденные на жестких режимах и имеющие вследствие этого ячеистую структуру, то при нагреве ячейки превращаются в субзерна, разориентированные друг относительно друга. Последующий отжиг приводит к укрупнению рекристаллизованных зерен и их аномальному росту.

В электроосажденных металлах с комбинированным критерием  $K_p$  от 1 до 5 гомологические температуры возврата и рекристаллизации которых ниже комнатных, структурные изменения, характеризующие полигонизацию и рекристаллизацию, протекают непосредственно после получения в процессе естественного старения.

- Показано, что с повышением содержания легирующего элемента-аморфизатора в электролитических сплавах на основе никеля наблюдается следующее изменение фазового состояния образующихся покрытий: кристаллическое – аморфно-кристаллическое – аморфное. Установлено, что отклонение условий электроосаждения от термодинамически равновесных оказывает на структуру никель-молибденовых сплавов такое же влияние, как и увеличение концентрации молибдена, а именно, степень неравновесности формируемой структуры сплава возрастает от структурной к фазовой.

#### **Теоретическая значимость**

1. В работе установлена зависимость скорости коррозии гальванических покрытий от условий их получения и термической обработки, упрощающая методику подбора материалов покрытий в зависимости от условий эксплуатации. Показано, что одним из ключевых факторов, влияющих на скорость коррозии в попутно добываемой воде нефтяных месторождения, является рН среды. Наиболее высокой коррозионной стойкостью в попутно добываемых водах с рН 4,6 и суммарной минерализацией 296,234 г/л обладают покрытия цинком и кадмием, в покрытиях же никелем и хромом коррозионная стойкость (при данных условиях) имеет наихудшее значение. При увеличении рН и снижении минерализации воды наблюдается обратная зависимость.

#### **Практическая значимость**

Определены условия электроосаждения защитных покрытий и проведена их промышленная апробация на нефтепромысловом оборудовании, эксплуатируемом на Кальчинском месторождении. В качестве эксперимента детали плунжерных насосов блока подачи реагентов были защищены от коррозии с помощью электролитических покрытий хромом, что позволило существенно повысить стойкость данных деталей. Предложена операция нанесения гальванопокрытия в технологию изготовления дисковой задвижки. Проведены опытно-промышленные испытания (Акт проведения испытаний и акт внедрения прилагаются в приложениях диссертации).

Разработана установка для определения внутренних напряжений, на которую получено свидетельство на полезную модель №26848. Данная установка позволяет оценить тип возникающих внутренних напряжений при получении покрытий.

Результаты исследований используются при проведении лекционных занятий и лабораторных практикумов в спецкурсе «Функциональные покрытия» для обучающихся по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»

Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на Международных и Всероссийских научно-практических конференциях и семинарах: «Нефть и газ Западной Сибири» (г. Тюмень, 2007-2019 гг.); «Уральская школа металловедов-термистов» (г. Киров, 2004, г. Магнитогорск, 2018), «Техника и технологии машиностроения» (г. Омск, 2015), «Современные электрохимические технологии и оборудование» (г. Минск, 2016), «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций» (г. Екатеринбург, 2016), «Физика. Технологии. Инновации» (г. Екатеринбург, 2017-2018 гг.), «Всероссийский конгресс молодых ученых ИТМО» (г. Санкт-Петербург, 2016-2018гг.)

#### **Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений диссертационной работы**

В работе для исследования структуры и свойств изучаемых покрытий использовалось современное и высокоточное оборудование, что обеспечивает достоверность полученных результатов. Приведенные в работе данные не противоречат результатам других исследователей и во многом дополняют их. Автор диссертации неоднократно выступал на всероссийских и международных конференциях. Полученные результаты были опубликованы в рецензируемых научных журналах.

#### **Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации**

Результаты и выводы, полученные в ходе диссертационного исследования, могут быть использованы для:

- защиты металла нефтепромыслового оборудования нефтяных месторождений Западной и Восточной Сибири, работающего в сложных природно-климатических условиях;
- корректировки нормативных сроков службы нефтепромыслового оборудования;
- реализации технической и организационной системы мер по широкому промышленному внедрению предложенных новых способов противокоррозионной защиты.

#### **Замечания по диссертационной работе**

В целом, положительно оценивая представленное Кулеминой Алёной Александровной к защите диссертационное исследование, по нашему мнению, следует указать некоторые замечания и спорные моменты в работе:

1. по методике работы:
  - 1.1 Какой анод был использован при электроосаждении сплава Ni – Mo?
  - 1.2 Как поддерживалась температура электролита при электроосаждении металлов и сплава Ni – Mo. Из схемы, приведенной на рис. 2.1 не ясно.
2. В тексте отсутствуют численные значения  $E_{пр}$ . При каких катодных плотностях тока достигается данная характеристика. Как она определялась?

3. Изучалось ли влияние температуры на скорость коррозионного разрушения электроосаждаемых покрытий?
4. Какие дополнительные эксперименты позволили увеличить содержание молибдена в составе сплава Ni – Mo до 30% (стр. 91).
5. Замечания по оформлению работы:
  - 5.1 Имеются ошибки: стр. 23, 24, 34, 38, 118, 128.
  - 5.2 Не вполне ясная информация об условиях проведения моделирования процесса (таблица 4.1)
  - 5.3 Вызывает вопрос необходимость использования фраз на стр.87: «Осаждение сплавов характеризуется образованием двойного электрического слоя, « процесс электроосаждения на катоде являет собой сложную химическую реакцию.....»?

Перечисленные замечания не носят принципиального характера и не снижают качества диссертационного исследования, результаты которого представляют интерес для производителей и исследователей, занимающихся вопросами получения и эксплуатации гальванических покрытий.

#### **Соответствие диссертации научной специальности**

Представленная диссертационная работа 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».

#### **Общее заключение**

Диссертационная работа Кулеминой Алёны Александровны, на тему «Особенности структурных и фазовых превращений, протекающих при получении и отжиге электролитических покрытий, для обеспечения их защитных свойств» является самостоятельной законченной в рамках поставленных задач научно-квалификационной работой, содержащей решение задачи по противокоррозионной защите металла нефтепромыслового оборудования, что имеет существенное значение для развития теории и практики такой отрасли знания как технические науки.

Полнота отражения основных положений диссертационного исследования в публикациях автора, в том числе – в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ, достаточная.

Диссертация удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям в пп. 9-11, 13-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Кулемина Алёна Александровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертационная работа, автореферат и отзыв рассмотрены и обсуждены на заседании кафедры «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.».

Присутствовало 15 человек, с правом решающего голоса - 15 человек.

Результаты голосования: «за» - 15 чел., «против» - нет, «воздержалось» - нет. Протокол № 6 от «14» апреля 2021 года.

Организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.».

Кафедра «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» (ТОХП)  
доктор технических наук  
(по специальностям: 02.00.05 - Электрохимия),  
заведующий кафедрой ТОХП

Целуйкин В.Н.

Адрес: 410054, г. Саратов, ул. Политехническая, 77  
Телефон: 89172101291  
e-mail: [tseluikin@mail.ru](mailto:tseluikin@mail.ru)

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

Целуйкин В.Н.

Профессор кафедры ТОХП  
доктор технических наук  
(по специальностям: 02.00.05 - Электрохимия)  
Адрес: 410054, г. Саратов, ул. Политехническая, 77  
Телефон: 89093409409  
e-mail: [tepeti@mail.ru](mailto:tepeti@mail.ru)

Соловьева Н.Д.

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

Соловьева Н.Д.

Подписи зав. кафедрой ТОХП Целуйкина В.Н., профессора кафедры ТОХП, д.т.н. Соловьевой Н.Д. заверяю.

Ученый секретарь СГТУ  
имени Гагарина Ю.А.



Тищенко Н.В.