

ОТЗЫВ

официального оппонента Пугачевой Наталии Борисовны
на диссертационную работу Кулеминой Алёны Александровны на тему
«Особенности структурных и фазовых превращений, протекающих
при получении и отжиге электролитических покрытий, для обеспечения
их защитных свойств», представленную по специальности
05.16.01 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов
на соискание учёной степени кандидата технических наук.

Актуальность темы диссертационной работы

Гальванические покрытия давно и весьма эффективно используются для защиты деталей машиностроения и узлов конструкций различного назначения. Их применяют для защиты от коррозии резьбовых соединений муфт для обсадных или насосно-компрессорных труб скважин в нефтяной и газовой промышленности. Разнообразие химического состава таких покрытий позволяет варьировать защитные свойства в зависимости от условий эксплуатации конкретных конструкций. Эксплуатация нефтегазового оборудования в условиях нефтяных месторождений Западной и Восточной Сибири имеет особенности, связанные с агрессивной коррозионной средой не только почвы, но и продукта перекачки – водонефтяной смеси, насыщенной газами. В связи с этим весьма актуальным является проведение комплексных исследований влияния химического состава электролита, параметров электроосаждения и режима последующей термической обработки на коррозионную стойкость в реальных условиях эксплуатации. Такой подход позволил обосновать и расширить область применения электроосажденных покрытий для защиты от коррозии оборудования нефтедобывающей отрасли.

Содержание работы

Диссертация изложена на 133 страницах, состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка цитируемой литературы из 150 наименований и 3 приложения.

Во введении описаны актуальность темы исследования, цель и задачи диссертационной работы, научная новизна работы, теоретическая и практическая значимость, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту, сведения об апробации и личном вкладе автора.

Первая глава диссертационной работы отражает результаты анализа литературных данных об условиях эксплуатации нефтепромыслового оборудования, способах его защиты от коррозии, классификации структуры гальванических покрытий. Автором проанализированы проблемы, возникающие при нанесении гальванических покрытий, а также виды встречающихся дефектов. Приведена информация о влиянии процессов электрокристаллизации покрытий на характер дислокационной структуры.

ЗАРЕГИСТРИРОВАН В ОТДЕЛЕ ДЕЛОПРОИЗВОДСТВА ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова»	
за № _____	
Дата регистрации	21.05.2021г.
Фамилия регистратора	_____

Проанализированы условия формирования аморфных бинарных электролитических покрытий, причины формирования остаточных напряжений и пути повышения адгезионной прочности. Рассмотрены виды коррозии. На основе результатов литературного обзора в диссертационной работе сделаны выводы, обосновывающие поставленные цель и задачи исследования.

Во *второй главе* диссертации представлены химические составы исследованных покрытий и использованных реактивов, приведена схема установки для электролиза, перечислены методы исследования структуры, фазового состава, твердости, коррозионной стойкости, пористости, толщины и адгезионной прочности покрытий.

В *третьей главе* представлены результаты исследования структуры и свойств электроосажденных покрытий после их нанесения и последующего отжига. Автор предложил разделить исследованные покрытия на две группы: I – покрытия с условно высокой температурой плавления (Cr и Ni); II – покрытия на основе металлов с условно низкой температурой плавления (Zn и Cd). Установлено, что осаждение покрытий группы I при жестких режимах электролиза вблизи предельного тока $0,9 E_{пр}$ привело к формированию ячеистой структуры. При перенапряжениях катода ниже $E = (0,7-0,6)E_{пр}$ их границы представляют собой уже плоские дислокационные стенки, а при $E < 0,33 E_{пр}$ осаждение покрытий характеризуется моноблочной структурой. У покрытий группы II с относительно низкой температурой плавления не происходит образования ячеистой структуры даже при высоких перенапряжениях. Показано, что для покрытий группы I характерно наличие максимумов твердости после отжигов при температуре 100 и 200 °C при напряжении на катоде $E > 0,33 E_{пр}$, тогда как для покрытий группы II твердость покрытий уменьшается при увеличении температуры последующего отжига при всех режимах электроосаждения. Приведены данные о влиянии температуры отжига на адгезионную прочность покрытий, а также результаты испытаний на коррозионную стойкость в условиях, близких эксплуатационным.

В *четвертой главе* автор рассматривает влияние легирования молибденом на структуру и свойства электроосажденного покрытия на основе никеля. Первоначально автором выполнен полный факторный эксперимент 2^3 для определения оптимального режима электроосаждения, обеспечивающего заданную концентрацию молибдена в покрытии. Установлено, что при увеличении содержания Mo происходит изменение фазового состава покрытия от кристаллического к аморфному. Отклонение условий электроосаждения от термодинамически равновесных оказывает на структуру покрытия Ni-Mo такое же влияние. Как увеличение концентрации Mo. Установлено, что отжиг покрытий Ni-Mo при 350 °C в течение 10 часов и более приводит к переходу от аморфного к кристаллическому состоянию. Зафиксированы высокие растягивающие напряжения (до 1400 МПа) в покрытиях Ni-Mo после жестких режимов электроосаждения. Наибольшую коррозионную стойкость показали покрытия Ni-Mo аморфного строения с

содержанием молибдена 30 %. Для снятия внутренних напряжений предложен отжиг при температуре не выше 200 °С, чтобы сохранить аморфную структуру.

В *заключении* автор приводит результаты опытно-промышленных испытаний покрытий, использование полученных результатов в учебном процессе, применение результатов в научной работе и формулирует основные выводы и перспективы дальнейшей разработки темы.

Приложения содержат отзыв о работе дисковых задвижек с гальваническим покрытием на основе Cr в фонтанной арматуре скважин Усть-Тегусского месторождения, акт внедрения технологии электроосаждения гальванических покрытий от ПАП «Тюменские моторостроители» и акт использования результатов диссертационной работы в учебном процессе Тюменского индустриального университета.

Достоверность и обоснованность научных результатов

В диссертационной работе все результаты экспериментальных исследований получены с использованием современного аналитического оборудования и согласуются с теоретическими положениями, представленными в отечественных и зарубежных источниках. Численные значения результатов исследований основаны на применении статистических методов определения погрешности измерений. Достоверность результатов обеспечивалась применением взаимодополняющих методов структурных исследований и проведением полного факторного эксперимента по определению соотношения режимов электроосаждения для получения заданной концентрации молибдена в покрытии Ni-Mo.

Научная новизна

Научная новизна работы состоит в получении закономерностей изменения структуры и свойств электролитических покрытий в процессе получения и отжига и включает в себя следующие положения:

1 металлы с относительно высокими температурами плавления (Cr, Ni), осажденные при жестких режимах электролиза вблизи предельного тока $0,9 E_{пр}$, имеют ячеистую структуру; при перенапряжениях катода ниже $E = (0,7-0,6)E_{пр}$ их границы представляют собой уже плоские дислокационные стенки, при $E < 0,33 E_{пр}$ осаждение покрытий характеризуется моноблочной структурой, у металлов с относительно низкой температурой плавления не происходит образования ячеистой структуры даже при высоких перенапряжениях;

2 варьируя параметрами электроосаждения и последующего отжига можно формировать различную структуру покрытий с оптимальным сочетанием твердости и коррозионной стойкости для конкретных условий эксплуатации. При этом температура рекристаллизационного отжига

ограничена пределом, выше которого развивается вторичная пористость и ухудшаются как защитные, так и прочностные свойства;

3 с повышением содержания легирующего элемента - молибдена - в электролитических покрытиях на основе никеля наблюдается следующее изменение фазового состояния: 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.

Практическая значимость работы

Разработаны рекомендации и проведена промышленная апробация электроосажденных покрытий Cr на нефтепромысловом оборудовании, эксплуатируемом на Кальчинском месторождении. На детали плунжерных насосов блока подачи реагентов были нанесены защитные покрытия прошедшие отжиг по рекомендованным режимам, что позволило продлить нормативный срок эксплуатации деталей.

Разработана установка для определения внутренних напряжений при получении покрытий, на которую получено свидетельство на полезную модель №26848.

Результаты исследований используются при проведении лекционных занятий и лабораторных практикумов в спецкурсе «Функциональные покрытия» для обучающихся по направлению 22.03.01 Материаловедение и технология материалов» в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Тюменский индустриальный университет».

Соответствие автореферата диссертационной работы

Автореферат соответствует содержанию и структуре диссертации, включает материалы диссертации в объеме, достаточном для ее понимания.

Оценка содержания и оформления диссертации

Диссертация изложена грамотным научным языком, обладает единством и логикой построения, раскрывает сущность выполненного исследования, содержит теоретическое обоснование полученных автором результатов и описание их практической реализации, оформлена в соответствии с установленными требованиями. Полученные результаты и выводы соответствуют поставленным в диссертации целям и задачам. Тема и содержание диссертации соответствуют научной специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Замечания по диссертации

1. Слишком общее название диссертационной работы. Следовало конкретизировать исследованные покрытия и исследованные защитные свойства, ведь в работе оценивалась только коррозионная стойкость.
2. В главе 1 нет ни одной фотографии структур известных гальванических покрытий, дефектов в них, видов коррозионных повреждений, что не позволяет сравнить полученные автором результаты с уже опубликованными в научной литературе.
3. В разделе 3.2 «Внутренние напряжения в формируемых покрытиях» не приведены количественные величины внутренних напряжений, а рисунок 3.5 с этими данными размещен в разделе 3.3.
4. Весьма сложно назвать математическим моделированием выполненный автором полный факторный эксперимент по определению соотношения режимов электроосаждения для получения заданной концентрации молибдена в сплаве Ni - Mo.
5. Коррозионные язвы следует определять металлографически на поперечных резах, а не по состоянию поверхности. Выводы автора о равномерном характере коррозии после испытаний вызывают сомнение (стр. 72 диссертации). Тем более, что в исходном состоянии покрытия характеризуются значительной шероховатостью (рис. 3.2), в исходных ямках и по границам зерен при коррозионных испытаниях должны развиваться язвенные повреждения.
6. В тексте диссертационной работы встречаются орфографические ошибки.
7. Очень мелкие, не читаемые надписи на рисунке 3.9.

Перечисленные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей положительной оценки диссертации Кулеминой А.А., являющейся законченной научно-квалификационной работой. Они носят рекомендательный характер и направлены на дальнейшее развитие исследований. Результаты работы представляют интерес для производителей и исследователей, занимающихся вопросами получения и эксплуатации электролитических покрытий.

Заключение

Результаты диссертационных исследований опубликованы в ведущих научных журналах, докладывались на конференциях различного уровня, имеются патенты РФ.

Диссертация обладает единством, содержит новые результаты и положения, выдвигаемые для публичной защиты, которые свидетельствуют о личном вкладе автора диссертации в науку.

На основании вышеизложенного, считаю, что диссертационная работа Кулеминой Алёны Александровны на тему «Особенности структурных и

фазовых превращений, протекающих при получении и отжиге электролитических покрытий, для обеспечения их защитных свойств», представленная на соискание учёной степени кандидата технических наук, решает актуальную научно-техническую задачу и в полной мере удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, изложенным в Положении о присуждении учёных степеней, утверждённом постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842, соответствует Паспорту научной специальности 05.16.01 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, а её автор Кулемина Алёна Александровна заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук.

Официальный оппонент:

Доктор технических наук, доцент,
главный научный сотрудник
федерального государственного
бюджетного учреждения науки
«Институт машиноведения
Уральского отделения
Российской академии наук»

Пугачева Наталия Борисовна

Докторская диссертация защищена по специальности 05.16.09
Материаловедение (по отраслям)

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт машиноведения
Уральского отделения Российской академии наук»
620049 г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34
Тел.: 8(343)362-30-23
E-mail: nat@imach.uran.ru



Подпись *Пугачевой Н.Б.* заверяю
Ученый секретарь ИМАШ Уро РАН
А. М. Поволоцкая