

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.111.05,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «МАГНИТОГОРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Г.И. НОСОВА»,
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 17.06.2021 г. № 9

О присуждении Кулеминой Алёне Александровне, Российская Федерация, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Особенности структурных и фазовых превращений, протекающих при получении и отжиге электролитических покрытий, для обеспечения их защитных свойств» по специальности 05.16.01 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов принята к защите 06 апреля 2021 г. (протокол № 6) диссертационным советом Д 212.111.05, созданным на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 455000, г. Магнитогорск, пр. Ленина, 38, приказ № 717/нк от 09.11.2012 г.

Соискатель Кулемина Алёна Александровна, 1979 года рождения, в 2001 году соискатель окончила магистратуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Тюменский государственный нефтегазовый университет» по направлению «Материаловедение и технологии новых материалов», в 2019 году окончила аспирантуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тюменский индустриальный университет» по направлению 22.06.01 Технологии материалов (направленность Материаловедение).

Работает ведущим специалистом по организации научной работы института промышленных технологий и инжиниринга, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тюменский индустриальный университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, Ковенский Илья Моисеевич, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тюменский индустриальный университет», кафедра «Материаловедение и технологии конструкционных материалов», заведующий кафедрой.

Официальные оппоненты:

Пугачева Наталия Борисовна, доктор технических наук, доцент, федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского от-

деления Российской академии наук, лаборатория микромеханики материалов, главный научный сотрудник,

Нефедьев Сергей Павлович, кандидат технических наук, ООО «Завод смазочных материалов «ОКТАМИКС», директор (г. Магнитогорск), дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.», в своем положительном отзыве, подписанном Целуйкиным Виталием Николаевичем, доктором технических наук, доцентом, заведующим кафедрой «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» и Соловьёвой Ниной Дмитриевной, доктором технических наук, профессором кафедры «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств», указала, что «...Диссертационная работа Кулеминой Алёны Александровны является самостоятельной законченной в рамках поставленной цели научно-квалификационной работой, содержащей решение задачи по противокоррозионной защите металлов нефтепромыслового оборудования, что имеет существенное значение для развития теории и практики в области технических наук. 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».

Соискатель имеет 31 опубликованную работу, в том числе по теме диссертации опубликована 31 работа, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 7 работ, 7 статей проиндексировано в наукометрических базах Web of Science и Scopus. Сведения об опубликованных работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны. Основные результаты, полученные в диссертационном исследовании, изложены в опубликованных работах. Авторский вклад в количестве 6,21 п.л. в публикациях объемом 12,36 п.л. состоит в постановке цели и задач научной работы, проведении серии теоретических и экспериментальных исследований, формулировании выводов и результатов исследований по использованию электролитических покрытий для защиты от коррозии оборудования нефтяных промыслов, подготовке научных статей к опубликованию в открытой печати.

Наиболее значительные работы по теме диссертации:

1. Ковенский, И. М. Формирование структуры и свойств металлических покрытий, адаптированных к различным условиям эксплуатации / И.М. Ковенский, А.А. Неупокоева (Кулемина) // Известия высших учебных заведений. Нефть и газ. - 2013.- №5 - С. 103-107.

2. Формирование структуры никель-молибденовых сплавов при электроосаждении и отжиге / И.М. Ковенский, А.А. Неупокоева (Кулемина), И.А. Венедиктова, А.Г. Обухов // Известия высших учебных заведений. Нефть и газ. - 2015. - №2 - С. 97-100.

3. Кулемина, А. А. Применение электролитических никель-молибденовых покрытий для защиты деталей нефтепромыслового оборудования / А.А. Кулемина, И.М. Ковенский // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. - 2021. - Т.19. - №1. - С.35-41.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет», подписанный заведующим кафедрой «Материаловедение и композиционные материалы», доктором технических наук Гуревичем Л.М. Замечания: «В тексте автореферата отсутствуют данные о методике проведения коррозионных испытаний, кроме состава используемых агрессивных жидкостей».

2. ФГБУН «Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН», подписанный главным научным сотрудником, доктором технических наук Устиновщиковым Ю.И. Замечания: «...отсутствие в автореферате данных о режимах электроосаждения».

3. ООО «Предприятие «Сенсор», г. Курган, подписанный генеральным директором, доктором технических наук Кузнецовым В.П. Замечания «в тексте автореферата не показано влияние химического состав, структуры и свойств подложки на работоспособность в целом и коррозионную стойкость. В частности, в процессе получения и отжига разработанных электролитических покрытий».

4. ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет», подписанный профессором кафедры материаловедения и технологии материалов, доктором технических наук Богодуховым С.И. Замечания: «1. Необходимо было привести состав ванн и режимы гальванических и электролитических покрытий. 2. Непонятна подготовка образцов перед проведением гальванических покрытий, отжиг проводился в какой среде? 3. Таблица 2, желательно привести хотя бы один режим из каждой разновидности «жёсткий» и т.д.? 4. Таблица 4, желательно было привести температуры отжига».

5. Филиал ФГБОУ ВО «Петербургский государственный университет путей сообщения Императора Александра I» в г. Ярославле, подписанный директором, доктором технических наук Епархиным О.М. Замечания: «1. В автореферате упоминается выполнение математического моделирования, однако ни методика, ни его результаты не приводятся. 2. Было бы полезно привести результаты промышленной апробации предложенных покрытий в части увеличения коррозионной стойкости».

6. ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ», подписанный заведующим кафедрой «Материаловедения, сварки и производственной безопасности», доктором технических наук, профессором Галимовым Э.Р. Замечания: «1. В разделе «Теоретическая и практическая значимость работы» автором не приведены результаты расчётов экономической эффективности от реализации результатов исследований в производственных усло-

виях. 2. Имеются замечания редакционного характера, например, по рисунку №6 др.».

7. ФГБОУ ВО «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)», подписанный Федоровой Л.В., доктором технических наук, профессором кафедры «Материаловедение». Замечания: «1. Из текста реферата не совсем понятно какова толщина получаемых покрытий, исключается ли впоследствии операция шлифования. 2. В автореферате не подкреплена фотографиями микроструктур иллюстрация адгезии покрытий никелем и хромом с основой без дополнительного подслоя. 3. Хорошо было бы представить сравнительный анализ традиционных кластерных и полученных автором покрытий».

8. ФГАОУ ВО «Тюменский государственный университет», подписанный заведующим кафедрой неорганической и физической химии, доктором химических наук Андреевым О.В. Замечания: «1. В осаждениях Ni-Mo не объяснена причина аморфности покрытий с увеличением мольной доли молибдена. 2. Не сформулирован комплекс причин повышенной коррозионной стойкости аморфных покрытий. 3. Не указано как распределяются металлы в типах зёрненной структуры».

9. ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет», подписанный заведующим кафедрой «Материалы и технология», доктором технических наук Мордасовым Д.М. Замечания: «Следует отметить низкую информативность рисунка 6 на с. 11. Автор делает заключение об «аморфности» структуры по исчезновению («размыванию») двух пиков никеля. Кривая 1 должна соответствовать дифрактограмме чистого никеля, однако, согласно справочным данным, никель диагностируется как минимум по 4 рефлексам с интенсивностью более 30 ед. Следовало бы снять дифрактограмму в более широком диапазоне углов и с меньшим шагом сканирования».

10. ФГБОУ ВО «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова», подписанный доктором технических наук, профессором каф. теоретической и прикладной химии Володченко А.Н. и кандидатом физико-математических наук, директором центра высоких технологий (ЦКП) Сиротой В.В. Замечания: «1. В автореферате не представлена информация о скорости осаждения покрытий, толщине и адгезионной прочности покрытий. Учитывались ли эти характеристики при оценке и сравнении коррозионной стойкости? 2. При анализе структуры покрытия автором не указана толщина. Как влияет толщина покрытий на структуру после осаждения и термообработки? На каком расстоянии от подложки структура стабилизируется и не меняется с дальнейшим ростом толщины покрытия?»

11. ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», подписанный профессором кафедры технологии материалов, доктором технических наук Матюниным В.М. Замечание «...следовало бы проанализировать и положительную роль сжимающих напряжений на конструкционную прочность изделия с покрытием».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их научными достижениями в области изучения структуры и свойств покрытий металлами и сплавами и их термической обработки, о чем свидетельствуют публикации в ведущих рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и изданиях, индексируемых в Scopus и Web of Science. Это подтверждает их способность квалифицированно определить и оценить научную и практическую новизну исследования.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана экспериментальная методика оценки коррозионных свойств электроосажденных покрытий, позволяющая осуществлять подбор защитных покрытий металлами никелем, хромом, цинком и кадмием, а также сплавами никель-молибден, с учетом состава реальных природно-климатических сред нефтяных месторождений Западной и Восточной Сибири,

предложен способ защиты деталей нефтепромыслового оборудования от коррозии электроосажденными металлами (никель, хром, цинк и кадмий) и сплавами никеля с молибденом, заключающийся в сочетании режимов электроосаждения и последующего отжига полученных покрытий,

доказана закономерность изменения структуры и свойств покрытий никелем, хромом, цинком и кадмием при электроосаждении от величины пренапряжения на катоде. В электролитических покрытиях металлами с относительно высокими температурами плавления (хром и никель), полученных при жестких режимах электролиза вблизи предельного тока $E=0,9E_{np}$, образуется ячеистая структура. В условиях осаждения ниже $(0,7-0,6)E_{np}$ формируются плоские дислокационные стенки. При $E<0,33E_{np}$ осажденные покрытия характеризуются монокристаллической структурой. При осаждении покрытий из металлов с относительно низкой температурой плавления (цинк и кадмий) возможно формирование только монокристаллической или субзернистой структур,

введены и описаны определения монокристаллической, субзернистой и ячеистой структур применительно к электролитическим покрытиям металлами с относительно низкими (цинк, кадмий) и относительно высокими (никель, хром) температурами плавления.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что скорость коррозии электроосажденных металлов никелем, хромом, цинком и кадмием и сплавов никеля с молибденом в реальных природно-климатических средах зависит не только от pH среды, но и от степени её минерализации; установлено, что наименьшая скорость коррозии ($V_k \leq 0,005$ мм/год) в попутнодобываемых водах с $pH 4,6$ и суммарной минерализацией 296,234 г/л (Куюмбинское месторождение) наблюдается у покрытий цинком и кадмием. В покрытиях никелем и хромом коррозионная стойкость в этих условиях имеет наихудшее значение ($V_k \geq 0,05$ мм/год). Наименьшая скорость коррозии в покрытиях никелем и хромом наблюдается в средах с нейтральным $pH 7$ или щелочным $pH 8,03$ и невысокой степенью минерализации 80-141 г/л (Кальчинское и Еты-Пуровское месторождения). Значения скорости коррозии у цинка и кадмия в этих условиях максимальны,

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) **использованы** методы противокоррозионной защиты электроосажденными покрытиями металлами (хром, никель, цинк и кадмий) и сплавами никеля с молибденом,

изложен научно обоснованный способ изменения фазового состава сплавов никель-молибден как путем повышения содержания легирующего элемента (увеличение содержания молибдена до 30%), так и в результате ужесточения режимов электроосаждения (электроосаждение при режимах $E > 0,66E_{np}$),

раскрыты и продемонстрированы недостатки ранее использовавшихся методов оценки скорости коррозии в модельных средах (3% NaCl и 3% NaCl + CH₃COOH), в которых не учитывалось влияние степени минерализации коррозионной среды,

изучены взаимосвязь степени перенапряжения на катоде при электроосаждении с формируемой структурой, а также закономерности формирования фазового состава электроосажденных сплавов никель-молибден в зависимости от условий электроосаждения и степени легирования. В электролитических покрытиях из сплавов никеля с молибденом при повышении содержания молибдена происходит последовательное изменение фазового состояния сплава: кристаллическое – аморфно-кристаллическое – аморфное. Отклонение условий электроосаждения от равновесных оказывает на структуру сплавов такое же влияние, как и увеличение концентрации молибдена,

проведена модернизация существующего технологического процесса нанесения гальванических покрытий с введением дополнительной операции термической обработки для стабилизации механических и защитных свойств покрытий, рекомендовано нанесение электролитических покрытий при $E = (0,7-0,6)E_{np}$ и последующий отжиг при температурах, не превышающих 200 °С.

Значение полученных соискателем результатов для практики подтверждается тем, что:

разработаны и внедрены (проведены опытно-промышленные испытания на Кальчинском месторождении) рекомендации по использованию режимов электроосаждения и термической обработки покрытий хромом для деталей плунжерных насосов блока подачи реагентов, обеспечивающие максимальные защитные свойства в заданных условиях эксплуатации,

определены перспективы использования электролитических покрытий для защиты нефтепромыслового оборудования от коррозии; на основе опытно-промышленных испытаний было установлено увеличение срока эксплуатации деталей в 1,5-2 раза,

создана система практических рекомендаций по выбору материала защитного покрытия (Cr, Ni, Zn, Cd) в зависимости от условий эксплуатации (степени минерализации и pH коррозионной среды),

представлены рекомендации по совершенствованию методов противокоррозионной защиты деталей оборудования нефтяных промыслов электролитическими покрытиями с учетом формируемой их структуры и свойств.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ использовано аттестованное современное оборудование и калиброванные средства измерений, статистические методы обработки результатов прямых многократных измерений, а также стандартные методики расчета погрешностей прямых и косвенных измерений,

теория согласуется с опубликованными экспериментальными данными по свойствам и структуре электролитических покрытий и методам защиты от коррозии, основывается на применении методов системного и статистического анализов,

идея базируется на анализе практических данных по преждевременному выходу из строя нефтепромыслового оборудования и аварийным отказам вследствие коррозионных повреждений, в том числе из-за внутренней коррозии элементов,

использовано сравнение авторских данных о структуре и свойствах электролитических покрытий металлами (Cr, Ni, Zn, Cd) и электроосажденными сплавами (Ni-Mo) с ранее полученными результатами экспериментальных исследований других авторов,

установлено совпадение авторских результатов с результатами, представленными в научных работах, посвященных исследованию структуры и свойств электроосажденных металлов и сплавов,

использованы современные методы и пакеты прикладных программ для сбора, подготовки и обработки экспериментальных данных, построения математических моделей и статистического факторного анализа для оценки влияния условий получения и эксплуатации на коррозионную стойкость электролитических покрытий.

Личный вклад соискателя состоит в формулировании цели и задач научной работы, непосредственном проведении теоретических и экспериментальных исследований, обработке и интерпретации результатов исследования, проведении анализа полученных результатов и разработки рекомендаций по внесению изменений в технологический процесс изготовления деталей плунжерных насосов блока подачи реагентов и задвижки дисковой, подготовке научных статей и представлении докладов на научных конференциях.

На заседании 17.06.2021 г. диссертационный совет принял решение присудить Кулеминой А.А. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 9 докторов наук по специальности 05.16.01, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за 16, против 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель
диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета



М.В. Чукин

М.А. Полякова

17.06.2021 г.