

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Папирова Романа Валерьевича на тему: «Разработка процессов низкотемпературного кристаллического фосфатирования» по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Актуальность темы диссертации

Разработка и совершенствование технологий противокоррозионной защиты является актуальной задачей для многих отраслей современного производства. Фосфатирование поверхности сталей представляет собой простой в реализации и весьма эффективный метод защиты от коррозии, который может успешно применяться как сам по себе, так и в сочетании с другими функциональными покрытиями. В связи с этим исследования процессов фосфатирования и их дальнейшее развитие имеет большое значение для теории и практики электрохимических производств. Несмотря на достаточно долгую историю применения этого технологического процесса, его физико-химические основы еще нуждаются в разьяснении и уточнении. Это связано со сложной природой электрохимической системы, в которой реализуется процесс, большим количеством сопряженных электродных реакций, осложненных формированием на поверхности металла фазовых слоев фосфатных покрытий. Управление этим процессом, необходимым для надежного функционирования в составе гальванических и лакокрасочных производств, возможно только на основе выявления новых факторов, определяющих защитные свойства получаемых покрытий. Практика применения процесса фосфатирования показывает, что серьезной проблемой этой технологии являются высокие рабочие температуры, что в сочетании с высокой коррозионной агрессивностью технологических растворов создает значительные трудности практического применения в условиях крупномасштабного производства. Автором диссертации

обоснована и поставлена цель снижения температуры рабочих растворов. В связи с этим актуальность темы диссертации как для теории, так и технологии процессов электрохимической обработки металлов не вызывает сомнений.

Научная новизна и значимость результатов и выводов диссертации

Наиболее ценными выводами диссертации для теории и практики технологий электрохимической противокоррозионной обработки являются:

- установленный эффект измельчения зерен кристаллов фосфатных фаз в присутствии в растворе ионов церия (IV), что приводит к снижению пористости покрытия и увеличению его защитных свойств. При этом сами ионы церия в покрытие не включаются, выполняя роль катализатора кристаллизации;
- возможность исследования отдельных стадий формирования фосфатных покрытий с помощью комплекса методов, гравиметрического, электронной микроскопии, рентгенофлуоресцентного картирования, рентгенофазового анализа. Системное применение этих методов позволило установить появление на начальных стадиях кристаллизации пористого оксидного подслоя, на котором формируется структура фосфатных слоев;
- установленный эффект снижения температуры процесса при совместном присутствии в электролите ионов церия и гидроксилamina, что позволяет проводить подслоное фосфатирование при температурах 20-30°C;
- результаты исследований коррозионной и адгезионной прочности полученных фосфатных покрытий в камере солевого тумана в однократном и циклическом режимах;
- на основе технологических экспериментов разработаны концентраты для корректировки растворов и проведена проверка их эффективности.

Степень обоснованности и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций диссертации

Результаты и выводы диссертации подтверждаются использованием значительного количества современных методов исследования состава и структуры анализируемых объектов, электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, микронзондовой рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, химического анализа, анализа гранулометрического состава, потенциометрии, метода поляризационных измерений. Вместе с этим свойства получаемых покрытий исследовались по методикам коррозионных испытаний как в экспресс-варианте, так и сертифицированных по стандартам ASTM. Результаты испытаний и исследований обработаны в соответствии с общепринятыми методиками. В соответствии с этим результаты диссертации являются обоснованными и достоверными.

Практическая значимость результатов диссертации

Результаты и выводы диссертации представляют значительный интерес для гальванического, лакокрасочного производства, предприятий и организаций, специализирующихся на технологиях защиты от коррозии. Особую практическую ценность представляют представленные в диссертации режимы корректировки ванн фосфатирования в виде добавления концентратов. Полученные автором составы электролитов и низкотемпературный режим процесса дает весомые преимущества для внедрения в производство, экономия энергоносителей, повышение срока службы оборудования при повышении защитных свойств фосфатных покрытий. Таким образом, в диссертации представлена технология фосфатирования, полностью готовая для внедрения в производство. Данный вывод подтверждают полученные автором акты внедрения на НПО «Лакокраспокрытие» и ООО «ВЕРАХИМ».

Результаты работы могут использоваться в учебном процессе подготовки бакалавров по направлению 18.03.01 – Химическая технология и магистров по направлению 18.04.01 – Химическая технология.

Содержание диссертации, ее завершенность

Диссертация состоит из введения, 3 глав, выводов, списка литературы из 143 наименований и приложения. Диссертация изложена на 136 страницах машинописного текста. Библиографический список включает публикации по теме диссертации в ведущих мировых и отечественных журналах за последние 10 лет, а также нормативные издания и патентную информацию.

Выводы диссертации полностью соответствуют цели работы. Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Таким образом, диссертация является завершенной научно-квалификационной работой.

Достоинства и недостатки в содержании и оформлении диссертации

Диссертация изложена логично, с использованием принятой современной научной терминологии и оформлена в соответствии с нормативными требованиями.

К достоинствам диссертации относятся:

- предложенная методика исследования этапов формирования фосфатного покрытия, включающая систему независимых методов исследования процесса, гравиметрию, электронную микроскопию, рентгенофлуоресцентное картирование, и рентгенофазовый анализ;
- впервые предложены и исследованы добавки ионов церия и гидроксилamina в электролиты фосфатирования, позволившие существенно снизить температуру процесса и одновременно улучшить коррозионную стойкость покрытий;
- проведена всесторонняя технологическая проработка предлагаемых электролитов, проведены соответствующие расчеты и разработаны режимы корректировки растворов;
- выполнен значительный объем коррозионных испытаний, в том числе в системе многослойных покрытий;

Замечания по диссертации:

1. Неясно, для чего необходимо было применять химические и спектрофотометрические методы анализа металлов в растворах (разделы 2.2.4-2.2.6), если наряду с этим используется определение на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой (раздел 2.2.7).
2. Для анализа гранулометрического состава такого мелкодисперсного материала, как аэросил, более корректны методы лазерной дифракции, а не седиментации, как указано в разделе 2.18.
3. Почему фазы оксида железа не обнаруживались методом рентенофазового анализа (с. 79 диссертации), в то время, как в элементном составе на начальных этапах формирования покрытия эти фазы обнаруживались (с. 84 диссертации)?
4. Как учитывалась шероховатость, отчетливо видная на рис. 3.24-3.26 при определении толщины покрытия?
5. При изложении механизма фосфатирования (с. 92, реакции 3.1-3.4) предполагается, что ионы церия только ускоряют растворение железа. Однако, в предлагаемых растворах присутствует азотная кислота, причем в значительно больших количествах, в связи с чем ее ускоряющее действие будет значительно большим. В связи с этим не вполне понятна определяющая роль ионов церия.
6. В диссертации имеется некоторое количество стилистически некорректных (разорванных) предложений. Неясно также, почему автор использует сокращение времени «сек» вместо общепринятого «с».
7. В автореферате (с.4) содержание главы 2 дано излишне сжато. Разделы главы 3 неверно названы главами.

Сделанные замечания носят частный характер и не влияют на общую положительную оценку работы.

Заключение по диссертации

Анализ диссертации, автореферата и публикаций автора позволяет сделать вывод, что работа Папирова Романа Валерьевича «Разработка процессов низкотемпературного кристаллического фосфатирования» является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки в области технологий защиты от коррозии, имеющие существенное значение для развития электрохимического производства страны.

Диссертация обладает внутренним единством, так как все ее разделы направлены на один объект, процесс фосфатирования; содержит новые научные результаты по механизмам процесса, влиянию на него добавок ионов церия и гидроксиламина, кинетике формирования фосфатных покрытий. В диссертации приведены сведения по практическому использованию полученных результатов гальваническими производствами машиностроительных и металлообрабатывающих предприятий, подтвержденные технологическими расчетами. Предложенные решения по составу растворов фосфатирования приведены в сопоставлении с существующими аналогами, используемыми в серийном производстве. Основные научные результаты диссертации опубликованы в 8 работах, в том числе двух статьях в рецензируемых изданиях, рекомендуемых перечнем ВАК.

По научному уровню, новизне, объему полученных данных, теоретической и практической значимости диссертация Папирова Р.Е. на тему «Разработка процессов низкотемпературного кристаллического фосфатирования» соответствует критериям Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842 и паспорту специальности 05.17.03, по которой представлена к защите, а ее автор, Папиров Роман Евгеньевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии.

Официальный оппонент,
заведующий кафедрой «Химические технологии» Южно-Российского государственного политехнического университета (НПИ) имени М.И. Платова, доктор технических наук

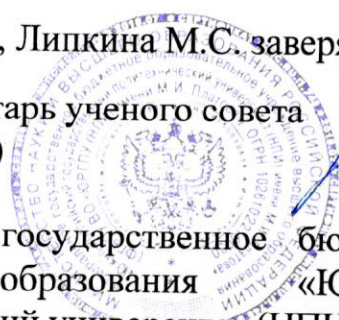


Липкин Михаил Семенович

04.09.2018

Подпись д.т.н., Липкина М.С. заверяю.

Ученый секретарь ученого совета
ЮРГПУ(НПИ)



Холодкова Нина Николаевна

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова»

Адрес: 346428, Россия, Ростовская область, г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132

Телефон: (8635)255514, e-mail etepir@yandex.ru