

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.092.02 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
НАУКИ ИНСТИТУТА СТРУКТУРНОЙ МАКРОКИНЕТИКИ И ПРОБЛЕМ
МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ им. А.Г. МЕРЖАНОВА РОССИЙСКОЙ
АКАДЕМИИ НАУК (ИСМАН) МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 29 мая 2019 г., № 1

О присуждении ЧИЖИКОВУ Андрею Павловичу, гражданину России,
ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «СВС-экструзия оксидной керамики, дисперсно-упрочненной частицами боридов и карбидов» по специальности 01.04.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества принята к защите 18 марта 2019 года, протокол № 7, диссертационным советом Д 002.092.02 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН) Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 8, Приказ Министерства образования и науки Российской Федерации № 252/нк от 03.06.2016 г.

Соискатель Чижиков Андрей Павлович, 1992 года рождения, в 2014 году окончил ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва по специальности «Физико-химия процессов и материалов». С 2014 по 2018 г. обучался в очной аспирантуре ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова» Российской академии наук (ИСМАН) по специальности 01.04.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества. В настоящее время работает в должности младшего

научного сотрудника в лаборатории пластического деформирования материалов.

Диссертационная работа выполнена в лаборатории пластического деформирования материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН) Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель

Кандидат технических наук Бажин Павел Михайлович, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук, заместитель директора по научной работе.

Официальные оппоненты:

Шляпин Сергей Дмитриевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры материаловедения и технологии обработки материалов, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), г. Москва.

Панасюк Георгий Павлович, доктор химических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук, г. Москва – дали положительные отзывы на диссертацию

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химической физики Российской академии наук, г. Черноголовка, в своем положительном заключении, подписанном д.ф.-м.н. Глазовым Сергеем Владимировичем и утвержденным ВРИО директора ИПХФ РАН, профессором, д.ф.-м.н. И.В. Ломоносовым, указала, что диссертация Чижикова А.П. представляет собой цельную и законченную научно-квалификационную работу, которая удовлетворяет

Положению о присуждении ученых степеней, утвержденному постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 (п. 9). В диссертационной работе на основании выполненных автором исследований физико-химических и материаловедческих аспектов процесса СВС-экструзии материалов на основе оксида алюминия, дисперсно-упрочненного частицами боридов и карбидов, показана возможность получения в одну технологическую стадию керамических композиционных материалов и изделий на основе сложных многофазных систем, а также продемонстрирована перспективность применения полученных изделий для нанесения защитных покрытий методом электроискрового легирования. Автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 01.04.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

Соискатель имеет 23 опубликованные работы, из них: 8 работ опубликовано в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки РФ, 6 из них в журналах, входящих в базы данных WoS и Scopus; 15 тезисов докладов в материалах Всероссийских и Международных конференций. Получено 2 патента РФ. Общий объем научных изданий 3 печатных листа. Автором выполнен анализ литературных данных, проведены все экспериментальные исследования и количественная обработка полученных данных.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. **Chizhikov, A.P.** Production of Hollow Ceramic Rods by SHS Extrusion / A.P. Chizhikov, A.M. Stolin, P.M. Bazhin, M.I. Alymov // *Doklady Chemistry*. - 2019. - Vol. 484. - Part 2. - P. 79–81. DOI: 10.1134/S0012500819020083;
2. Bazhin, P.M. Nanostructured ceramic composite rods: Synthesis, properties and application / P.M. Bazhin, E.V. Kostitsyna, A.M. Stolin, **A.P. Chizhikov**, M.Ya. Bychkova, A. Pazniak // *Ceramics International*. - 2019. DOI: 10.1016/j.ceramint.2019.01.188 (in press);
3. Stolin, A.M. Synthesis and characterization of Al₂O₃ - ZrO₂-based eutectic ceramic powder material dispersion-hardened with ZrB₂ and WB particles

- prepared by SHS / A.M. Stolin, P.M. Bazhin, A.S. Konstantinov, **A.P. Chizhikov**, E.V. Kostitsyna, M.Ya. Vychkova // *Ceramics International*. - 2018. - Vol. 44. - Issue 12. - P. 13815-13819. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.04.225;
4. Бажин, П.М. СВС-экструзия высокотвердой наноструктурированной керамики на основе $Al_2O_3-ZrO_2-TiC-TiB_2$ / П.М. Бажин, **А.П. Чижиков**, А.М. Столин, А.С. Константинов // *Композиты и наноструктуры*. - 2018. - Т. 10. - № 4 (40). - С. 145-150;
 5. Bajin, P.M. The research of structure and mechanical properties of superhard electro-spark coatings for hardwearing mining tools / P.M. Bajin, **A.P. Chizhikov**, D.V. Leybo, K.O. Chuprunov, A.G. Yudin, M.A. Alymov, D.V. Kuznetsov // *Journal "IOP Conference Series: Materials Science and Engineering"*. - 2016. - Vol. 112. - No. 1. DOI:10.1088/1757-899X/112/1/012021;
 6. Бажин, П.М. Структура, свойства и применение защитных металлокерамических покрытий, полученных электроискровым легированием и электродуговой наплавкой / П.М. Бажин, А.М. Столин, **А.П. Чижиков**, М.И. Алымов, Д.В. Кузнецов // *Новые огнеупоры*. - 2016. - №8. - С.31-36;
Bazhin, P.M. Structure, Properties, and Use of Protective Cermet Coatings Prepared By Electric-Spark Alloying and Electric-Arc Hardfacing / P.M. Bazhin, A.M. Stolin, **A.P. Chizhikov**, M.I. Alymov, D.V. Kuznetsov // *Refractories and Industrial Ceramics*. - 2016. - Vol. 57. - No. 4. - P. 1–6. DOI: 10.1007/s11148-016-9992-8;
 7. Бажин, П.М. Электроискровые покрытия, полученные керамическими СВС-электродными материалами с наноразмерной структурой / П.М. Бажин, А.М. Столин, Н.Г. Зарипов, **А.П. Чижиков** // *Электронная обработка металлов*. - 2016. - № 3. - С. 1-8;
Bazhin, P.M. Electrospark Coatings Produced by Ceramic Nanostructured SHS Electrode Materials / P.M. Bazhin, A.M. Stolin, N.G. Zaripov, **A.P. Chizhikov** // *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*. - 2016. - Vol. 52. - No. 3. - P. 217–224. DOI: 10.3103/S1068375516030030;
 8. Бажин, П.М. Особенности получения длинномерных изделий из

керамического материала с наноразмерной структурой методом СВС-экструзии / П.М. Бажин, А.М. Столин, М.И. Алымов, **А.П. Чижиков** // Перспективные материалы. - 2014. - № 11. - С. 73-81.

Патенты:

- Патент № 2663514 «Способ изготовления керамических полых стержней» **Чижиков А.П.**, Бажин П.М., Столин А.М. Дата регистрации: 7 августа 2018 г.
- Патент № 2657894 «Способ изготовления плит из керамических и композиционных материалов». Бажин П.М., Столин А.М., **Чижиков А.П.**, Стельмах Л.С. Дата регистрации: 18 июня 2018 г.

На диссертацию и автореферат поступило 9 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания. В них отмечается, что работа посвящена решению актуальной практической задачи, при этом имеет важное фундаментальное значение.

Замечания содержатся в следующих отзывах.

1. Отзыв из ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», подписан: д.ф.-м.н., профессором, заведующим кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Амосовым А.П. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. Не приведено обоснование состава исходных шихтовых заготовок в таблице 1.

2. Нет результатов термодинамических расчетов.

3. Хотя в обосновании актуальности говорится, что введение в керамику на основе оксида алюминия таких твердых частиц как карбиды и бориды позволяет повысить прочность и трещиностойкость получаемых материалов и изделий, повысить сопротивляемость термоудару, но в автореферате не представлено подтверждений этому факту, фактически не представлены механические свойства полученных композитов, нет их сравнения со свойствами керамики из чистого оксида алюминия.

4. У большинства рисунков очень мелкие и бледные буквы и цифры, которые часто невозможно разобрать.

5. На рис. 2а не обозначены кривые горизонтальные линии. Не понятно, что обозначает линия, которая падает на стадиях 3-5. А на 6-й стадии возрастает.

6. На стр. 9 есть опечатка ($T_{пл} < T_r < T_{пл}$).

2. Отзыв из ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения наук Российской академии наук», подписан: д.т.н., профессором, главным научным сотрудником лаборатории «Композиционные материалы» Овчаренко В.Е. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. В автореферате отсутствует обоснование выбора для проведения исследований составов исходных порошковых смесей: $SiO_2-Al-C-Ti-B$, $TiO_2-C-B-Zr-Al$, $B_2O_3-Cr_2O_3-Al$.

2. Отсутствуют данные о наследственности структуры и свойств защитных покрытий, полученных методом электроискрового легирования, структурно-фазовых состояний и свойств керамических СВС-электродов.

3. Отзыв из Института авиационных технологий и материалов ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет», подписан: д.т.н., доцентом, директором института Рамазановым К.Н. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. На рисунке 8б приведена зависимость длины экструдированного стержня от давления прессования. На графике показано, что с увеличением давления увеличивается и длина, однако при достижении значения давления 100 МПа, длина выдавленного стержня уменьшается. Такое поведение указанной зависимости выглядит необычным и в тексте автореферата не объяснено.

2. На странице 17 автореферата указано, что испытания полученных образцов полых стержней на жаростойкость проводились в интервале температур 950-1400 °С. Однако ниже на рисунке 15 приведены кривые удельного прироста массы и истинной скорости убыли массы испытываемых образцов начиная с температуры 1100 °С.

3. В разделе автореферата, посвященном описанию процесса нанесения покрытий, автор утверждает, что состав покрытия совпадает с составом материала электрода ссылаясь на результаты рентгеноспектрального анализа. Однако, поскольку в процессе легирования температура в межэлектродном промежутке может кратковременно повышаться до крайне высоких температур (вплоть до 5000 °С), при нанесении может происходить диссоциация фаз электрода с образованием новых соединений на поверхности подложки. Поэтому, чтобы более точно судить о составе полученного покрытия, необходимо привести результаты рентгенофазового анализа.

4. Отзыв из ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени «Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук», подписан: д.т.н., и.о. старшего научного сотрудника лаборатории «Кремний органических соединений и материалов» Перевисловым С.Н. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. Вероятнее всего чтобы показать, что во время СВС процесса образуются только те продукты, которые предполагалось получить в работе необходимо было бы сделать термодинамический анализ вероятности образования необходимых соединений, чтобы исключить возможность образования в процессе СВС побочных карбидов, боридов или твердых растворов.

2. Автор в главе 3 пишет, что твердость материалов системы Al_2O_3 - ZrO_2 - TiC - TiB_2 (стр. 12) испытывали при нагрузке в 100 Н, в то время как материалы системы Al_2O_3 - SiC - TiB_2 испытывали при значительно меньшей нагрузке – 150 г (стр. 13), что не дает возможности четко оценить и сравнить полученные твердости материалов.

3. Автор пишет, что микроструктура полых стержней состоит из трех фаз, однако внешне (исходя из рис. 14б) можно наблюдать только две фазы.

5. Отзыв из ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет», подписан: д.т.н., заведующим кафедрой «Химия и химические

технологии» Руховым А.В. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. По тексту автореферата и в квалификационных признаках часто упоминается, что найдены или установлены оптимальные режимные параметры. В связи с этим возникает вопрос, ставилась ли задача оптимизации и если ставилась, что являлось критерием оптимальности?

2. Какова величина доверительного интервала зависимостей, представленных на рис. 5 стр. 11 автореферата?

3. Каким образом был определен набор варьируемых параметров процесса СВС-экструзии для получения оксидной керамики в процессе экспериментального исследования?

6. Отзыв из ГНУ «Физико-технологический институт НАН Беларуси», подписан: д.ф.-м.н., доцентом, главным научный сотрудник лаборатории «Высоких давлений и специальных сплавов» Хиной Б.Б. Отзыв положительный. Содержит следующее замечание:

В автореферате не указаны причины, почему низкий коэффициент трения (к.т.) остается постоянным во время испытаний (стр. 20, табл. 2 и рис. 19), не прослежена связь между структурой (изменяется ли она по толщине покрытия или нет) и к.т.

7. Отзыв из ФГБОУ ВО «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых», подписан: д.т.н, профессором, заслуженным деятелем науки РФ, заведующим 8 кафедры «Технология машиностроения» Морозовым В.В. и к.т.н., доцентом кафедры Аборкиным А.В. Отзыв положительный. Содержит следующее замечание:

В тексте автореферата соискатель отмечает, что механизм образования полых стержней при СВС-экструзии основан на эффекте «разбухания» струи. Однако, судя по представленным в автореферате данным, формирование полости может проходить по известному механизму усадки. Это согласуется с тепловыми условиями, реализуемыми в ходе СВС-экструзии за выходным сечением матрицы, обеспечивающими образование температурного

градиента в радиальном направлении, а также подтверждается данными об изменении структуры стержней.

8. Отзыв из «Жетысуский государственный университет имени Ильяса Жансугурова», Казахстан, подписан: д.т.н., профессором, проректором по инновационной работе и стратегическому развитию Андасбаевым Е.С. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. В первом пункте описания практической значимости работы утверждается, что при нагреве исходной заготовки до 300 °С приводит к увеличению полноты экструдированной части до 60 %. При этом в тексте автореферата не приводится определение данного термина, формула расчета его значения и величина, достигаемая без нагрева заготовки.

2. Согласно таблице, приведенной на рисунке 13 в полученных образцах полых стержней присутствует магний. Однако в тексте автореферата не поясняется его происхождение и влияние на свойства полученных материалов.

3. Цифры и подписи большей части рисунков и графиков в автореферате напечатаны нечетко и размыто, что затрудняет восприятие информации. На рисунках 9 и 14 невозможно разобрать фазы, приведенные на рентгенограмме.

9. Отзыв из ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук», подписан: к.т.н., старшим научным сотрудником лаборатории «Физико-химические основы металлургии цветных и редких металлов» Насакиной Е.О. Отзыв положительный. Содержит следующие замечания:

1. Недостаточное качество некоторых иллюстраций.

2. Отсутствие описания условий проведения триботехнических испытаний, без которого сложно дать полную оценку изменения триботехнических свойств сталей в результате нанесения покрытий методом электроискрового легирования.

Выбор официальных оппонентов, доктора технических наук С.Д. Шляпина и доктора химических наук Г.П. Панасюка и ведущей

организации обосновывается публикациями оппонентов и тематикой структурного подразделения ведущей организации, относящимся к сфере исследований, которым посвящена диссертация.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработан новый способ получения полых керамических стержней на основе оксида алюминия, полезным образом использующий эффект «разбухания» струи;

дано объяснение эффекту «разбухания струи», показывающее, что данный эффект характерен не только для полимерных жидкостей, но и для СВС-материалов.

предложен подход к получению компактных изделий на основе оксидной керамики, дисперсно-упроченной частицами боридов и карбидов, основанный на сочетании процессов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза и последующего высокотемпературного деформирования;

доказана перспективность применения используемого в работе подхода к получению керамических электродов с наноразмерными элементами структуры, предназначенных для нанесения защитных покрытий методом электроискрового легирования.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что:

доказано, что получение наноразмерных элементов структуры композитного керамического материала $Al_2O_3-ZrO_2-TiC-TiB_2$ регулируется процессом горения экзотермической смеси исходных компонентов в сочетании со сдвиговым деформированием в условиях СВС-экструзии;

изложены физико-химические, и материаловедческие аспекты процесса СВС-экструзии оксидной керамики, дисперсно-упроченной частицами боридов и карбидов, факторы влияния технологических и конструктивных параметров на длину экструдированных стержней, подобраны их оптимальные значения;

изучены особенности процесса СВС-экструзии многофазного керамического материала на основе оксида алюминия, содержащего фазы износостойких составляющих диборида титана и карбида кремния: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2\text{-SiC}$.

Практическая значимость исследований подтверждается тем, что:

разработаны оптимальные технологические режимы и конструктивные параметры СВС-экструзии для получения СВС-электродов из материалов на основе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiC-TiB}_2$ с наноразмерной структурой для электроискрового легирования. Показано, что предварительный нагрев исходной шихтовой заготовки до 300 °С приводит к увеличению температурно-временного интервала способности материала к высокотемпературному деформированию при СВС-экструзии в 3 раза и полноты экструдированной части до 60 %, улучшению качества и длины экструдированных стержней до 250 мм.

определены оптимальные технологические режимы процесса нанесения полученного керамического материала с наноразмерными элементами структуры на основе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiC-TiB}_2$ на металлические подложки из стали 45, Р18, Р6М5 и титана; определены предельные значения толщины наносимых покрытий, шероховатости и оптимальное количество проходов электрода по участку легирования;

созданы керамические материалы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2\text{-SiC}$, а также полые стержни на основе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(AlCr)}_2\text{O}_3\text{-CrB}$, перспективные для использования в качестве тиглей, чехлов для термопарных высокотемпературных измерений и др. Определены оптимальные технологические параметры процесса СВС-экструзии для перечисленных составов;

внедрены полученные композитные керамические материалы с наноразмерными элементами структуры на основе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiC-TiB}_2$ в качестве защитного износостойкого покрытия металлорежущего инструмента при производстве снегоплавильного агрегата ОСА-20.15 на предприятии ООО «КБЭМ «Металлист-ОСА». Опробование указанного материала в качестве износостойкого покрытий привело к увеличению срока службы металлорежущего инструмента в 3 раза. Получен акт испытаний;

Результаты работы могут быть применены при дальнейшем изучении процессов синтеза высокопрочных керамических композиционных материалов и получения изделий на их основе за счет совмещения процесса высокотемпературного синтеза со сдвиговым деформированием продуктов. Результаты проведенного исследования могут представлять интерес для таких организаций, как «НИТУ МИСиС». РГП «Институт проблем горения». ФГБОУ ВПО «УГАТУ», ФГБОУ ВО «ТГТУ», ФГБОУ ВО «БГТУ», ФГБОУ ВО СамГТУ», «ИМЕТ РАН», а также могут быть использованы в других научных и производственных организациях.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

использован комплекс методов исследования от выбора объектов исследования, изучения характеристик горения выбранных объектов, до изучения фазового состава, микроструктуры и физико-механических свойств полученных изделий, результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных методик исследования, показана воспроизводимость описанных в работе структур и свойств по всей длине полученных изделий;

теория построена на известных фактах из области реологии порошковых материалов, порошковой металлургии и самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, согласуется с представленными экспериментальными данными по теме диссертации;

исследования базируются на фундаментальных положениях структурной макрокинетики, механики сплошных сред, реологии, процессов горения, на анализе и обобщении теоретических и практических работ по теме получения керамических материалов и изделий на их основе различными методами за последние 20 лет;

использованы современные экспериментальные методы в соответствии с поставленной целью диссертационной работы с учётом особенностей изучаемых объектов: метод электронной микроскопии, метод рентгенофазового анализа, методы измерения механических, физических и трибологических свойств.

Личный вклад соискателя состоит в том, что автором выполнен анализ литературных данных и на их основании сделаны выводы об актуальности и перспективности проводимого исследования. Автор принимал непосредственное участие в подготовке и проведении всех экспериментальных исследований и аналитической обработке полученных результатов. Автор активно участвовал в постановке задач исследования, формулировке выводов и написании статей.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация Чижикова Андрея Павловича представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным «Положением о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842, и на заседании 29.05.2019 года принял решение присудить Чижикову Андрею Павловичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек (20 человек из постоянного состава в 24 человека), из них 5 докторов наук по специальности 01.04.17, технические науки, участвовавших в заседании, проголосовали:

за присуждение учёной степени – **20**,

против присуждения учёной степени – **нет**,

недействительных бюллетеней – **нет**.

Председатель
диссертационного совета Д 002.092.02
д.т.н., член-корр. РАН



Алымов М.И.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002.092.02
к.т.н.

Петров Е.В.

29.05.2019