

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.383.02, СОЗДАННОГО
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «САНКТ-
ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
(ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ)» МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 17.04.2024 г. № 52

О присуждении Быковой А.Д., гражданке РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Увеличение износостойкости поверхностей трения за счет синтеза керамических покрытий на металлах методом микродугового оксидирования» по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов принята к защите 14 февраля 2024 г. (протокол заседания № 49) диссертационным советом 24.2.383.02, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (190013, Россия, Санкт-Петербург, Московский проспект, дом 24-26/49 литера А), утвержденным приказом Минобрнауки Российской Федерации № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Быкова Алина Дмитриевна, 07 января 1993 года рождения.

Быкова А.Д. в 2016 году окончила магистратуру в федеральном государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет», магистр по направлению подготовки «Металлургия». После окончания университета поступила в аспирантуру федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук по направлению подготовки 2.5.3. Трение и износ в машинах, которую окончила в 2021 году. В период подготовки диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук Быкова А.Д. работала в должности

инженера на кафедре химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», а также в должности инженера второй категории в лаборатории «Техническая керамика» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей».

Диссертация выполнена в ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)».

Научный руководитель – доктор технических наук Марков Михаил Александрович. Работает в должности начальника сектора «Жаростойкая керамика» НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей».

Официальные оппоненты:

Толочко Олег Викторович, доктор технических наук, профессор Высшей школы физики и технологии материалов ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»;

Фролова Марианна Геннадьевна, кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории физико-химического анализа керамических материалов ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск, в своем положительном отзыве, подписанном Верещагиным Владимиром Ивановичем, доктором технических наук, профессором, заслуженным деятелем науки РФ, заведующим научно-исследовательской лабораторией «Тугоплавкие неметаллические и силикатные материалы», указала, что рассматриваемая диссертация может быть оценена положительно. По мнению ведущей организации диссертационное исследование по своему научному и техническому уровню соответствует требованиям пп. 9–14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Быкова Алина Дмитриевна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук

по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Отмечается, что результаты работы Быковой А.Д. обладают научной новизной и представляют практический интерес как для научных, так и для производственных организаций, занимающихся разработкой покрытий для упрочнения и восстановления металлических узлов трения в машиностроении.

Для потенциального внедрения разработанных керамических покрытий и перспективных методов увеличения их износостойкости, возможно сотрудничество со следующими организациями: НИЦ «Курчатовский институт – ЦНИИ КМ «Прометей», ООО «Невский инструментальный завод», ООО «Научно-производственное предприятие «Металлокерамические композиционные материалы», ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской академии наук», ПАО «Силовые машины», ФГБУН «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук».

Соискатель имеет 53 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликована 21 работа, в том числе 18 статей в журналах, включенных в перечень ВАК, из них 16 статей в журналах, индексируемых в международных базах данных (Scopus, WoS, Springer, Chemical Abstracts), 3 патента РФ на изобретение. Также опубликовано 17 тезисов докладов на международных и всероссийских конференциях. Авторский вклад соискателя заключается в постановке целей и задач исследования, сборе и анализе литературных данных, синтезе керамических покрытий комбинированными технологиями, комплексной физико-химической характеристизации полученных покрытий и интерпретации результатов исследования, представлении докладов и оформлении научных статей по теме диссертации.

Опубликованные работы полностью отражают основные положения диссертационного исследования, в диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах.

Наиболее значимые работы автора по теме диссертации:

1. **Быкова, А.Д.** Влияние состава электролитов на структуру и трибологические свойства керамических покрытий, полученных методом микродугового оксидирования / А.Д. Быкова, М.А. Марков, Ю.А. Кузнецов, И.Н. Кравченко, А.Н. Беляков, М.А. Макаров // Новые огнеупоры. – 2023. № 10. – С. 31–39.

2. Markov, M.A. Method for producing an intermetallic precursor layer for microarc oxidation / M.A. Markov, D.A. Gerashchenkov, I.N. Kravchenko, **A.D. Bykova**, A.N. Belyakov, O.V. Barmina // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. – 2023. – Т. 52. № 6. – P. 599-606.

3. **Bykova, A.D.** Study of the formation of functional ceramic coatings on metals / A.D. Bykova, M.A. Markov, A.V. Krasikov, A.N. Belyakov, A.M. Makarov // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – №. 1400. – P. 055008.

4. Markov, M.A. Investigation of the characteristics of ceramic coatings obtained by microarc oxidation on direct and alternating currents in an alkaline silicate electrolyte / M.A. Markov, Y.A. Kuznetsov, A.V. Krasikov, **A.D. Bykova**, Y.A. Fadin, I.N. Kravchenko, A.N. Belyakov, S.N. Perevislov // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. – 2020. – Vol. 49, № 8. – P. 672–679.

5. Markov, M.A. Porous functional coatings by microarc oxidation / M. A. Markov, D.A. Gerashchenkov, A.V. Krasikov, I.V. Ulin, **A.D. Bykova**, M.L. Shishkova, N.V. Yakovleva // Glass and Ceramics. – 2018. – Vol. 75, № 7–8. – P. 258–263.

6. Марков, М.А. Исследование характеристик керамических покрытий, полученных микродуговым оксидированием на постоянном и переменном токах в силикатно-щелочном электролите / М.А. Марков, Ю.А. Кузнецов, А.В. Красиков, **А.Д. Быкова**, Ю.А. Фадин, И.Н. Кравченко, А.Н. Беляков, С.Н. Перевислов // Проблемы машиностроения и автоматизации. – 2020. – № 1. – С. 72-80.

7. Markov, M.A. Formation of wear- and corrosion-resistant coatings by the microarc oxidation of aluminum / M.A. Markov, **A.D. Bykova**, A.V. Krasikov, B.V. Farmakovskii, D.A. Gerashchenkov // Refractories and Industrial Ceramics. – 2018. – Т. 59. - № 2. – P. 207–214.

На диссертацию и автореферат отзывы прислали:

1. Галиновский Андрей Леонидович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой СМ-12 ФГБОУ ВО «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана», г. Москва

2. Анисимов Валерий Валериевич, кандидат технических наук, доцент кафедры химической технологии керамики и огнеупоров ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», г. Москва.

3. Патрушева Тамара Николаевна, доктор технических наук, профессор кафедры Е5 ФГБОУ ВО «Балтийский государственный технический университет «ВОЕНМЕХ» имени Д.Ф. Устинова», Санкт-Петербург.

4. Марченко Екатерина Сергеевна, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский государственный университет», г. Томск.

5. Мазеева Алина Константиновна, кандидат технических наук, доцент научно-образовательного центра «Конструкционные и функциональные материалы» ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого», Санкт-Петербург.

6. Фармаковский Борис Владимирович, кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург.

7. Бажин Владимир Юрьевич, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой металлургии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II», Санкт-Петербург.

8. Баньковская Инна Борисовна, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени «Институт химии силикатов имени И.В. Гребенщикова РАН», Санкт-Петербург.

9. Леонов Олег Альбертович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой, Шкаруба Нина Жоровна, кандидат технических наук, профессор, Вергазова Юлия Геннадьевна, кандидат технических наук, доцент, кафедра «Метрология, стандартизация и управление качеством» ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева», г. Москва.

10. Сычева Анастасия Максимовна, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Специальные сооружения ракетно-космических комплексов» ФГБОУ ВО «Военно-космическая академия имени А.Ф. Можайского», Санкт-Петербург.

11. Жуков Илья Александрович, доктор технических наук, заведующий лабораторией, Григорьев Михаил Владимирович, кандидат технических наук,

старший научный сотрудник, лаборатория нанотехнологий металлургии ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский государственный университет»

12. Истомина Елена Иннокентьевна, кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории «Керамического материаловедения» Института химии ФИЦ Коми НЦ УрО РАН, доцент кафедры химии Института Естественных наук ФГБОУ ВО «СГУ им. Питирима Сорокина».

13. Вартанян Мария Александровна, кандидат технических наук, доцент кафедры химической технологии керамики и огнеупоров ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

14. Бессмертный Василий Степанович, доктор технических наук, профессор кафедры технологии стекла и керамики ФГБОУ ВО «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова».

Все отзывы положительные.

В отзывах указывается, что диссертационная работа выполнена по актуальной тематике, обладает научной новизной и практической значимостью, в автореферате полностью отражена суть исследования, представлены новые научно-технические подходы к синтезу защитных керамических покрытий на металлах и сплавах, что обосновывается применением прогрессивных комплексных технологий, проведением и анализом широкого спектра структурных исследований и физико-механических испытаний. Автор работы заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук.

В отзывах содержатся следующие замечания критического характера:

1. Обладают ли синтезированные из водных электролитов керамические покрытия однородностью по толщине, применительно к площади оксидируемой детали?

2. В автореферате следовало бы привести диаграмму состояния никель-алюминий для более детального объяснения процессов формирования прекурсорных интерметаллидных слоев.

3. Как контролировали пористость по всей толщине покрытий?

4. Какой средний размер пор у покрытий, сформированных в силикатно-щелочном, боратном и фосфатном электролитах?

5. В чем структурные преимущества керамических покрытий, формируемых в боратных электролитах перед другими покрытиями?

6. В разделе «Методология и методы исследований» не указан метод определения маслостойкости покрытий.

7. В автореферате не приведено ни одной рентгенограммы, использовавшейся для определения фазового состава покрытия.

8. Не указано, по какому режиму было получено покрытие, для которого представлены результаты (рисунок 5 автореферата).

9. Выражение «высокотемпературный рентген» является некорректным.

10. Какой смысл вкладывает в автор в термин «прекурсор»? Необходимо дать разъяснение в начале автореферата.

11. В автореферате не указано какова долговечность электролитов, используемых для формирования МДО-покрытий, и осуществлялся ли контроль рН электролитов в процессе МДО.

12. Существуют ли возможности определения температуры искрового разряда в процессе микродугового оксидирования, для возможности проведения теоретического анализа термических превращений оксидных композиций.

13. В четвертой главе автором предложен новый перспективный способ увеличения износостойкости керамических МДО-покрытий за счет создания прекурсорного слоя на металлической основе, представлена схема формирования такого покрытия, при этом не представлено каких-либо исследований структуры функционального градиентного покрытия.

14. При проведении трибологических испытаний установлено существенное снижение коэффициента трения при пропитке пористых МДО-покрытий твёрдосмазочными компонентами, при этом в автореферате не установлено взаимосвязей со структурой и составом поверхностных трибослоёв; за счет каких механизмов происходит значительное уменьшение коэффициента трения.

15. Вторая глава автореферата написана очень кратко и не уделено должного внимания методам исследования.

16. В составе использованных в работе электролитов присутствуют ионы щелочных металлов (K^+ , Na^+), однако, за исключением случая фосфатного электролита, автор никак не поясняет их участие в процессах фазообразования.

17. Следует указывать (в частности, табл. 3, 5 и т.д.) погрешность измеряемых или определяемых параметров.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их широкой известностью своими достижениями в данной отрасли науки, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны новые научно-технические подходы к синтезу многослойных керамических покрытий комбинированными технологиями с градиентом по химическому составу и микротвердости, что позволяет увеличивать износостойкость алюминиевой поверхности в 3,4 - 3,8 раз на опытных образцах, применительно к эксплуатации в парах трения.

установлены и обоснованы структурные преимущества керамических покрытий, синтезированных методом микродугового оксидирования в катодно-анодном режиме из водных боратных электролитов, что позволяет увеличивать износостойкость алюминиевой поверхности в 3,1 раза на опытных образцах, применительно к эксплуатации в парах трения.

получены новые информативные данные о связи «технология – состав – структура – свойство (износостойкость)» к новым способам синтеза керамических покрытий с применением комбинированных методов модифицирования поверхности.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

установлена расчетным методом однородность распределения упрочняющих керамических частиц в прекурсорном слое для микродугового оксидирования, что определяет преимущества использования метода «холодного» газодинамического напыления армированных порошков.

определено влияние химического состава водных электролитов на структуру и трибологические свойства формируемых методом микродугового оксидирования керамических покрытий.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны новые способы формирования многослойных защитных керамических покрытий на металлах и сплавах с использованием комбинированных технологий модификации поверхности.

представлены и проанализированы новые результаты о параметре износостойкости для широкого спектра керамических покрытий, сформированных методом микродугового оксидирования алюминия и его сплавов из водных электролитов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ достоверность результатов исследования обеспечена осуществлением комплексных исследований с использованием современных физико-химических методов анализа, воспроизводимостью экспериментальных данных и соответствием результатов современному уровню знаний в исследуемой области науки, представленным в публикациях других ученых,

теория основана на достоверных и проверяемых данных и в целом соответствует современным представлениям в научной литературе по теме диссертации,

идея базируется на критическом анализе отечественных и зарубежных литературных данных по тематике исследования, учете и обобщении опыта создания функциональных керамических покрытий,

использованы известные подходы и соответствующие решаемым задачам методы обработки и теоретического анализа экспериментальных результатов,

установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами по аналогичным материалам, представленным в независимых источниках по данной тематике,

использованы современные методики сбора и анализа исходной информации, методы анализа и стандартизованные методики;

Личный вклад соискателя состоит в самостоятельном оформлении текста диссертационной работы и автореферата, анализе и обработке научно-технической литературы по теме исследования, постановке цели и задач исследования, планировании эксперимента, обосновании и реализации научно-технических подходов к синтезу керамических покрытий, проведении структурных исследований и физико-механических испытаний керамических покрытий, подготовке научных трудов и результатов интеллектуальной деятельности.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

1. Поясните пункт научной новизны «Разработаны новые научно-технические подходы, позволяющие повысить износостойкость...».

2. На фотографиях структур с электронного микроскопа плохо виден масштаб, не ясно какой размер кристаллических формируемых фаз. Размер кристаллов можно было бы рассчитать по дифрактограммам.

3. Необходимо было бы под терморентгенограммой «алюминий-никель» представить диаграмму состояния.

4. В работе подробно не рассказано об определении микротвердости покрытий, были ли какие-то особые подходы?

5. Изменялась ли электропроводность электролитов?

6. На рентгенограммах покрытий определяется наличие аморфной фазы. Были ли попытки установить (исследовать) эти фазы?

7. Почему в силикатно-щелочных электролитах обязательно присутствует калий-гидроксидная щелочь?

8. Участвует ли щелочь в процессе фазообразования при микродуговом оксидировании?

Соискатель Быкова А.Д. согласилась с замечаниями, ответила на задаваемые ей вопросы и привела собственную аргументацию:

1. Предложены два новых способа получения покрытий с использованием прекурсорных слоев: с формированием интерметаллидной структуры подслоя, либо металлокерамического подслоя.

2. Согласна с тем, что масштаб надо было сделать крупнее. Размер кристаллов формируемых фаз зависит от технологии, так как используются разные токовые режимы и электролиты. Размер кристаллов можно наблюдать, используя методы электронно-ионной сканирующей микроскопии, что показано в работе.

3. Аналогичное замечание было получено от официального оппонента, согласна с ним.

4. Измерение микротвердости покрытий проводилось в поперечном сечении в шлифе.

5. Электропроводность не оказывает влияния на процесс микродугового оксидирования.

6. Внешний технологический слой с аморфными соединениями шлифуется, так как они снижают твердость и ухудшают свойства покрытия, поэтому данные фазы досконально не изучались.

7. Щелочь является активатором, она растравливает поверхность алюминия, для осуществления процесса микродугового оксидирования. Можно использовать как натрий-гидроксидную, так и калий-гидроксидную щелочь.

8. Процесс фазообразования подтверждается результатами практического эксперимента, а также термодинамическими расчетами, выполненными моим научным руководителем ранее, которые показывают отсутствие внедрения катионов щелочи в состав покрытий, формируемых в силикатно-щелочном и боратном электролитах.

Диссертация Быковой Алины Дмитриевны представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным пп. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (с последующими изменениями).

На заседании 17 апреля 2024 года диссертационный совет принял решение: за новые научно-обоснованные технические решения и разработки в области создания износостойких керамических покрытий для изделий машиностроения, имеющие существенное значение для развития отрасли технологии силикатных и тугоплавких неметаллических материалов в Российской Федерации, присудить Быковой А.Д. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 5 докторов наук специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, участвовавших в заседании, из 24 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 17, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Заместитель председателя
диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета

17 апреля 2024 года

Брыков Алексей Сергеевич

Воронков Михаил Евгеньевич