

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 217.035.01 НА
БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ИМ. И.П. БАРДИНА»
МИНИСТЕРСТВА ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 14 декабря 2016 г. № 10.2

О присуждении гражданину Российской Федерации **Жигачеву Андрею Олеговичу** ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Синтез, структура и свойства наноструктурированных циркониевых керамик на основе природного минерала - бадделеита» по специальности 01.04.07 - «Физика конденсированного состояния» **принята к защите 28 сентября 2016 года**, протокол заседания № 10.1, диссертационным советом Д 217.035.01 на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2 в соответствии с приказом № 105/нк от 11.04.2012 г. и частичным изменением № 194/нк от 22.04.2013 г.

Соискатель, Жигачев Андрей Олегович, 1991 года рождения, в 2013 году окончил Тамбовский государственный университет (далее – ТГУ) имени Г.Р. Державина (Институт математики, физики и информатики) и поступил в очную аспирантуру ТГУ имени Г.Р. Державина по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния», 14 декабря 2016 года защитил диссертационную работу на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук.

Работает инженером научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» при ФГБОУ ВО ТГУ имени Г.Р. Державина Министерства образования и науки Российской Федерации.

Диссертация выполнена в научно-исследовательском институте «Нанотехнологии и наноматериалы» при ФГБОУ ВО ТГУ имени Г.Р. Державина Министерства образования и науки Российской Федерации.

Научный руководитель – заслуженный деятель науки Российской Федерации, доктор физико-математических наук, профессор, **Головин Юрий Иванович**, ФГБОУ ВО ТГУ имени Г.Р. Державина, НИИ «Нанотехнологии и наноматериалы», директор

Официальные оппоненты:

Штанский Дмитрий Владимирович, доктор физико-математических наук, профессор, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», кафедра порошковой металлургии и функциональных покрытий, профессор кафедры.

Классен Николай Владимирович, кандидат физико-математических наук, доцент, институт физики твердого тела РАН, лаборатория оптической прочности и диагностики кристаллов, заведующий лабораторией.

дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный технический университет», факультет радиотехники и электроники, г. Воронеж, в своем положительном заключении, подписанном Калинин Ю.Е., д.ф.-м.н., профессором, заведующим кафедрой физики твёрдого тела факультета радиотехники и электроники Воронежского государственного технического университета **отметила, что**

совокупность полученных в работе научных результатов и выводов имеют существенное значение для науки и практики в области разработки инженерных материалов на основе бадделеита и понимания физических закономерностей, протекающих в них процессов. Показаны ключевые подходы к управлению фазовым составом и свойствами циркониевых керамик, в том числе при помощи легирования оксидами металлов. Новые научные результаты имеют большое значение с точки зрения фундаментальной и прикладной физики.

Соискатель имеет 13 опубликованных работ по теме диссертации, в том числе в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ, - 9.

Научные публикации посвящены изучению фазового состава, структуры и служебных свойств стабилизированных циркониевых керамик на основе бадделеита и влияния содержания легирующего вещества – оксида кальция – методами рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной микроскопии и индентирования. Поиску концентрации оксид-стабилизатора, соответствующей оптимальному сочетанию служебных характеристик, таких как твердость, трещиностойкость и модуль Юнга. Расширению представлений о роли примесей SiO_2 в инженерных циркониевых керамиках, созданию термодинамических моделей, описывающих фазовый состав циркониевых керамик, легированных оксидом кальция. Исследованию закономерностей деградации фазового состава и механических свойств стабилизированных циркониевых керамик в гидротермальных условиях, а также расширению модельных представлений о кинетике деградации.

Результаты исследований, представленные в работах, являются полезными для разработки новых инженерных материалов на основе бадделеита, которые могут быть использованы в различных отраслях промышленности, в частности: в нефтегазовой, добывающей и химической отраслях, машиностроении и медицине.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Zhigachev A.O., Umrikhin A.V., Golovin Y.I. The effect of calcia content on phase composition and mechanical properties of Ca-TZP prepared by high-energy milling of baddeleyite // *Ceramics International*. 2015. Т. 41. С. 13804-13809.

2. Zhigachev A.O., Umrikhin A.V., Golovin Y.I., Farber B.Y. Preparation of nanocrystalline calcia-stabilized tetragonal zirconia by high-energy milling of baddeleyite // *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2015. Т. 12. № S3. С. E82-E89.

3. Rodaev V.V., Zhigachev A.O., Korenkov V.V., Golovin Y.I. The influence of zirconia precursor/binding polymer mass ratio in the intermediate electrospun composite fibers on the phase transformation of final zirconia nanofibers // *Physica Status Solidi A*. Принято к печати. DOI: 10.1002/pssa.201600047.

На автореферат поступило **10 положительных отзывов**, из них 6 содержат замечания. Краткий обзор отзывов:

В отзывах отмечено, что диссертационная работа Жигачева А.О. актуальна и своевременна, направлена на изучение структуры и свойств новых циркониевых керамик на основе бадделеита (**НИ ТПУ, ФГБОУ ВО «СибГИУ», ФГБОУ ВО «БГТУ», ФГБОУ ВО «ТГУ», ЗАО «НТЦ «Бакор», ИФПМ СО РАН**) и содержит новые результаты, имеющие существенное научное и практическое значение (**ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, ФГБОУ ВО «СибГИУ», ФГБОУ ВО «БГТУ», ЗАО «НТЦ «Бакор», ФГБОУ ВО «ТулГУ»**). В работе рассмотрена взаимосвязь химического состава – содержания оксида кальция – на фазовый состав и ключевые механические свойства, такие как твердость и трещиностойкость инженерных бадделеитовых керамик (**ЗАО «НТЦ «Бакор», ФГБОУ ВО «ТГУ», ФГБОУ ВО «СибГИУ», ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН**). Произведены термодинамические расчеты влияния размеров зерен и содержания примесей SiO₂ на фазовую диаграмму ZrO₂-CaO и состав циркониевых керамик (**ФГБОУ ВО «ТГУ», ФГБОУ ВО «БГТУ»**); исследована кинетика низкотемпературной дегградации циркониевых керамик, стабилизированных оксидом кальция, изготовленных на основе бадделеита, произведено сопоставление с имеющимися мировыми аналогами (**ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, ФГБОУ ВО «СибГИУ»**). Показано, что кинетика дегградации кальций-стабилизированных циркониевых керамик описывается в рамках закона Меля-Аврами-Джонсона-Колмогорова (**ФГБОУ**

ВО «БГТУ», ФГБОУ ВО «ТГУ»). Разработана оригинальная аналитическая модель, дополняющая описание кинетики деградации циркониевых керамик, на основании модели произведена оценка физических параметров деградации, таких как размера зерен моноклинной фазы и скоростей их роста (**ФГБОУ ВО «БГТУ», ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, ФГБОУ ВО «ПНИПУ», ФГБОУ ВО «ТулГУ»**). Представленные в работе научные результаты могут служить основой для промышленного получения инженерных керамик на основе бадделеита, стабилизированного оксидом кальция (**ФГБОУ ВО «БГТУ», ФГБОУ ВО «СибГИУ», ФГБОУ ВО «ВГУ»**).

Замечания, содержащиеся в отзывах:

В автореферате отсутствует информация о «квалификации» исходных компонентов, используемых в работе. Отсутствует информация о марке планетарной мельнице и её технических характеристиках. Нет обоснования выбора в качестве удельного давления прессования значения 450 МПа. Отсутствуют данные по гранулометрическому составу (лазерный анализатор частиц), удельной поверхности, насыпной плотности, текучести порошков, полученных измельчением и химическим осаждением (**ЗАО «НТЦ «Бакор»**). На стр. 12 отсутствуют формулы, описывающие смещение точек фазовой диаграммы в зависимости от размеров зерна (**ФГБУН ИФПМ СО РАН, ФГБОУ ВО «ТулГУ»**), а на стр. 13 дана ссылка не на тот рисунок (**ФГБОУ ВО «ТГУ»**). Не приводятся характеристики мелющего устройства, материал мелющих тел и развиваемое в процессе помола ускорение мелющих тел. Не приводятся данные электронной микроскопии порошков после помола, нет оценки удельной поверхности получаемых после помола порошков (**НИ ТПУ**).

Отсутствие аппроксимации полученных экспериментальных данных (рис. 1б), некорректная формулировка положений выносимых на защиту, в частности, положения № 2 (**ФГБУН ИФПМ СО РАН**). Текст, приведенный в автореферате на стр. 17 не позволяет получить представление о предложенной автором аналитической модели кинетики деградации и провести анализ полученных физических параметров деградации (**ФГБОУ ВО «ТулГУ»**).

При наличии патентоспособных решений отсутствуют патенты. В описании третьей главы на стр. 11 концентрация оксида кальция указана в молярных процентах, однако на стр. 13 говорится о массовых процентах. В предложенном материале должны присутствовать силикаты кальция и циркония, о которых ничего не сказано (**ФГБОУ ВО «ПНИПУ»**).

Заключение по обзору отзывов.

1. Получен большой объем значимых экспериментальных данных с глубоким уровнем проработки рассматриваемых вопросов. (**ЗАО «НТЦ «Бакор», НИ ТПУ, ФГБУН ИФПМ СО РАН**).

2. Выявлены зависимости фазового состава и размера зерен, твердости и трещиностойкости в ZrO_2 -CaO керамике от содержания стабилизатора CaO. Установлены закономерности изменения фазового состава, механических свойств от времени старения при комнатной температуре, а также в гидротермальных условиях. Построена фазовая диаграмма ZrO_2 -CaO в диапазоне концентраций CaO 0-20 мол. %, установлено влияние примесей SiO_2 на фазовый состав керамик и структуру границ раздела (**НИТУ «МИСиС», Офиц. оппонент – Штанский Д.В.**).

3. Диссертационная работа написана грамотным научным языком, отличается полнотой полученного материала, логичностью рассуждений и выводов. Основные результаты работы могут быть использованы для разработки промышленной технологии изготовления инженерных кальций-стабилизированных керамик на основе бадделеита (**ФГБОУ ВО «БГТУ», ФГБОУ ВО «СибГИУ», ФГБОУ ВО «ВГУ»**).

4. Во всех отзывах отмечается, что диссертационная работа соответствует паспорту специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» и критериям ВАК, а ее автор заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается:

Штанский Дмитрий Владимирович - ведущий специалист в области исследования структурных превращений и механических свойств многокомпонентных сплавов и керамик, наноструктурных и нанокomпозиционных материалов.

Классен Николай Владимирович - ведущий специалист в области исследования фазового состава и структуры кристаллов и керамических материалов, коллективных взаимодействий структурных дефектов в кристаллах. Опытный исследователь процессов формования и компактирования твердых тел.

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный технический университет», факультет радиотехники и электроники, г. Воронеж. Направлениями работы университета являются: исследование влияния масштабного фактора на физико-механические свойства композитов функционального и конструктивного назначения; синтез и физические свойства новых нано- и микрогетерогенных систем функционального назначения; изучение механических свойств и структуры многокомпонентных материалов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Разработан способ получения плотных инженерных циркониевых керамик на основе природного минерала – бадделеита – при помощи механоактивации смеси бадделеит-стабилизатор в планетарной мельнице с последующим компактированием и консолидацией.

Предложено содержание легирующего компонента – оксида кальция, соответствующее оптимальной комбинации основных механических свойств циркониевых керамик: твердости, трещиностойкости и модуля Юнга.

Доказана перспективность использования наноструктурированных циркониевых керамик на основе бадделеита, легированного оксидом кальция, в качестве конструкционного материала благодаря сочетанию твердости, трещиностойкости и сопротивления старению.

Введены представления о кинетике низкотемпературной деградации фазового состава, структуры и механических свойств циркониевых керамик на основе бадделеита, стабилизированного оксидом кальция.

Теоретическая значимость работы обоснована тем, что:

Впервые показан и теоретически обоснован характер изменения механических свойств (твердость и трещиностойкость) циркониевых керамик, на основе бадделеита, легированного оксидом кальция, при варьировании концентрации стабилизатора.

Установлена и подтверждено теоретическими расчетами зависимость фазового состава циркониевых керамик из бадделеита от молярной концентрации оксида кальция. На основании термодинамических вычислений показано влияние поверхностной энергии межзеренных границ на фазовый состав циркониевых керамик, стабилизированных оксидом кальция.

Произведена оценка влияния примесей SiO_2 на фазовый состав и на состояние межзеренных границ циркониевых керамик, стабилизированных оксидом кальция, на основании данных о термодинамической стабильности фаз ZrO_2 , CaO и SiO_2 , а также их соединений.

Изучены закономерности низкотемпературной деградации циркониевых керамик с разным содержанием CaO , разработана аналитическая модель, описывающая кинетику деградации на основе представлений о нуклеации и росте областей керамики, испытавших спонтанное фазовое превращение, индуцированное молекулами воды.

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

Разработанные методы получения наноструктурированных инженерных циркониевых керамик на основе бадделеита, стабилизированного оксидом кальция, являются перспективными для создания на основе

отечественной сырьевой базы новых конструкционных материалов с широким диапазоном практических применений.

Представленные данные могут быть использованы для оптимизации служебных характеристик инженерных циркониевых керамик на основе бадделеита для конкретных применений в промышленности.

Разработанная модель кинетики низкотемпературной деградации циркониевых керамик позволит увеличить ресурс изделий из диоксида циркония путем оптимизации их эксплуатации в условиях, способствующих деградации.

Методология и методы исследования:

Научная методология исследований заключается в использовании системного подхода к изучаемой проблеме и комплексном рассмотрении взаимосвязи состава, условий изготовления, структуры и свойств циркониевых керамик на основе бадделеита. Экспериментальные данные, представленные в работе, были получены на сертифицированном оборудовании с применением аттестованных методик. Метрологической основой послужили работы отечественных и зарубежных специалистов.

Оценка достоверности результатов:

Результаты базируются на применении в работе современных методов исследования структуры и служебных свойств керамических материалов, использовании сертифицированного оборудования для получения экспериментальных данных. Применены современные статистические методы обработки экспериментальных результатов.

Теоретические расчеты, произведены на основе физически обоснованных подходов и допущений. Приведено сравнение экспериментальных и теоретических результатов с данными известных литературных источников.

Личный вклад соискателя состоит в:

Совместной с научным руководителем постановке и обсуждении научных задач; разработке программы проведения исследований, разработке и проверке теоретических моделей, непосредственном проведении экспериментов и обработке их результатов и формулировке выводов по работе и подготовке материалов к публикации.

Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решена научная задача – установлены зависимости между условиями синтеза, структурой и свойствами наноструктурированных циркониевых керамик на основе бадделеита, и соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и полученным результатам соответствует пунктам 1 и 5 паспорта специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» (физико-математические науки), и профилю диссертационного совета Д 217.035.01.

На заседании 14.12.2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Жигачеву Андрею Олеговичу ученую степень кандидата физико-математических наук (протокол № 10.2).

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 8 докторов наук по специальности 01.04.07- «Физика конденсированного состояния» (физико-математические науки - 5, технические науки - 3) и 8 докторов наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (технические науки), участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» - 16, «против» - 0, недействительных бюллетеней - 0.

Председатель
диссертационного совета,
д.ф.-м.н., профессор
Ученый секретарь
диссертационного совета
д.т.н., с.н.с.



А.М. Глезер

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Н.М. Александрова".

Н.М. Александрова

Дата оформления Заключения: «19» декабря 2016 г.