

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.316.01
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КОМСОМОЛЬСКИЙ-НА-АМУРЕ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 9 февраля 2022 г. № 2

о присуждении **Акимовой Марии Панфиловне**, гражданину
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка алмазосодержащих вольфрамкобальтовых материалов инструментального назначения для получения изделий с повышенными эксплуатационными характеристиками» **по специальности 2.6.17** – Материаловедение (технические науки) принята к защите 29 ноября 2021 г. протокол заседания № 11 диссертационным советом 24.2.316.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет» (Россия, 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, проспект Ленина, 27, приказ о создании диссертационного совета № 714/нк от «2» ноября 2012 г., приказ 350/нк от «29» июля 2013 г., приказ 419/нк от «15» июля 2014 г., приказ 633/нк от «12» ноября 2014 г., приказ 423/нк от «28» апреля 2015 г., приказ 512/нк от «28» апреля 2016 г., приказ 641/нк от «15» июня 2018 г., приказ 1046/нк от «15» октября 2021 г., приказ 86/нк от «26» января 2022 г.).

Соискатель Акимова Мария Панфиловна, 1993 года рождения (03.06.1993). В 2016 г. окончила Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС») по специальности «Физика металлов». В 2020 году окончила очную аспирантуру в Федеральном

государственном учреждении науки «Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова Сибирского отделения Российской академии наук» (ИФТПС СО РАН) по специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении).

Акимова Мария Панфиловна за время обучения сдала кандидатские экзамены по следующим дисциплинам: Иностранный язык (английский) (отрасль – технические науки), дата сдачи 19.05.2018 г., справка об обучении от 25.02.2021 г.; История и философия науки (отрасль – технические науки), дата сдачи 01.06.2018 г. справка об обучении 25.02.2021 г.; Специальная дисциплина – Материаловедение (в машиностроении) (отрасль – технические науки), дата сдачи 10.03.2021 г., справка об обучении №154 от 01.04.2021 г. Работает в лаборатории инновационных технологий Арктики и Субарктики Якутского научного центра СО РАН в должности младшего научного сотрудника, в отделе материаловедения ИФТПС СО РАН в должности ведущего инженера по совместительству.

Диссертация выполнена в отделах «Физикохимии материалов и технологий» и «Материаловедения» ИФТПС СО РАН.

Научный руководитель – Шарин Петр Петрович, кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник отдела «Физикохимии материалов и технологий», ИФТПС СО РАН, г. Якутск.

Официальные оппоненты:

Бажин Павел Михайлович, доктор технических наук, заместитель директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН», г. Черноголовка;

Сафонова Мария Николаевна, кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой «Прикладная механика» Инженерно-технического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова», г. Якутск;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), г. Москва в **своем положительном заключении**, утвержденном Михаилом Рудольфовичем Филоновым, доктором технических наук, профессором, проректором по науке и инновациям НИТУ «МИСиС», подписанном Евгением Александровичем Левашовым, доктором технических наук, профессором, директором Научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (НУЦ СВС), заведующим кафедрой «Порошковой металлургии и функциональных покрытий» (ПМиФП), Мариной Яковлевной Бычковой, кандидатом технических наук, научным сотрудником НУЦ СВС, старшим преподавателем, ученым секретарем кафедры ПМиФП, указали, что диссертационная работа по актуальности, научной новизне, практическому значению и объему полученных результатов соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней» Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 в отношении кандидатских диссертаций, а ее автор – Акимова Мария Панфиловна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение.

Соискатель имеет 32 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации 24 работы, из них в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных перечнем ВАК РФ опубликовано 7 работ, в изданиях, индексируемых в наукометрических системах Scopus и Web of Science, опубликовано 10 работ. Получен один патент РФ на изобретение (№2633861 от 18 октября 2017 г.) в соавторстве. Другие публикации по теме диссертационной работы представлены в виде трудов и материалов международных научных конференций. Вклад соискателя Акимовой Марии Панфиловны в работы, опубликованные в соавторстве, не вызывает сомнения и состоит в непосредственном участии при постановке задач исследований, проведении экспериментальных исследований, а также выполнении теоретической части

работы, интерпретации экспериментальных данных научных экспериментов. Авторский вклад соискателя – 70 %. Объем научных статей – 9 печатных листов.

Наиболее значимые работы:

1. Шарин П.П., **Акимова М.П.**, Яковлева С.П., Попов В.И. Структура переходной зоны алмаз-матрица и стойкость инструмента, полученного при металлизации алмаза хромом в процессе спекания брикета WC-Co с пропиткой Cu [Текст] // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2018. – №3. – С.64–75.

2. Шарин П.П., **Акимова М.П.**, Попов В.И. Взаимосвязь структуры межфазной зоны алмаз-матрица с работоспособностью инструмента, полученного технологией, совмещающей металлизацию алмазов со спеканием матрицы [Текст] // Вопросы Материаловедения. – 2018. – №2(94). – С.111–123.

3. Yakovleva S.P., **Akimova M.P.**, Sharin P.P. Design of a multilevel structure of diamond-matrix interface boundaries and its role in increasing the durability of diamond/hard-alloy composites [Текст] // AIP Conference Proceedings. – 2018. – V.2053. – P.040103.

4. Шарин П.П., **Акимова М.П.**, Яковлева С.П., Никифоров Л.А., Попов В.И. Особенности формирования структуры межфазной зоны при термодиффузионной металлизации алмаза переходными металлами [Текст] // Вопросы материаловедения. – 2019. – №3 (99). – С.75–90.

5. Шарин П.П., **Акимова М.П.**, Яковлева С.П., Большаков А.М., Попов В.И. Структура и прочность переходной зоны при твердофазном термически активируемом контактом взаимодействии алмаза с железом и титаном [Текст] // Вестник машиностроения. – 2019. – №9. – С.55–62.

6. Sharin P.P., **Akimova M.P.**, Yakovleva S.P., Popov V.I. Structure of a diamond-matrix Interface and Durability of a Diamond Tool Fabricated by the Metallization of Diamond with Chromium during Sintering of the WC-Co Briquette with Copper Impregnation [Текст] // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2019. – V.60 (4). – P.441–449.

7. Sharin P.P., **Akimova M.P.**, Popov V.I. Correlation of the diamond/matrix

interphase zone structure with tool efficiency obtained by technology combining metallization of diamonds with matrix sintering [Текст] // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – V.10 (6). – P.1348–1356.

8. Sharin P.P., **Akimova M.P.**, Yakovleva S.P. Structure and strength of the interfacial zone in solid-phase contact interaction of diamond with transition metals [Текст] // Procedia Structural Integrity. – 2019. – V.20. – P.236–241.

9. **Akimova M.P.**, Sharin P.P., Yakovleva S.P. Structural-phase state of the interphase boundary at thermal diffusion metallization of diamond grains by Cr and Ti [Текст] // Materials Science Forum. – 2020. – V.992. – P.670–675.

10. **Akimova M.P.**, Sharin P.P., Yakovleva S.P. Structural-phase state of the interphase boundary at thermal diffusion metallization of diamond grains by Fe, Ni and Co [Текст] // Materials Science Forum. – 2020. – V.992. – P.676–682.

11. Sharin P.P., **Akimova M.P.**, Yakovleva S.P., Bol'shakov A.M., Popov V.I. Transition zone in thermally activated solid-phase contact of diamond with iron and titanium [Текст] // Russian Engineering Research. – 2019. – V.39 (12). – P.1034–1042.

12. Патент на изобретение РФ №2633861 Способ металлизации алмаза при спекании с пропиткой медью алмазосодержащей твердосплавной матрицы / Шарин П.П., **Акимова М.П.**, Лебедев М.П., Атласов В.П., Попов В.И., Ноговицын Р.Г., Николаев Д.В., заявл. 01.02.2017, опубл.20.10.2017. Бюл. №29.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы.

Отзывы на диссертацию:

1. Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), г. Москва.

Замечания:

1. Неудачно сформулирован пункт 1 новизны. Следовало бы более четко сформулировать установленные закономерности морфологии, структуры промежуточных слоев при высокотемпературном контактном взаимодействии и термодиффузионной металлизации алмаза с переходными металлами разной

природы при температурно-временном режиме, соответствующем режиму спекания вольфрамокобальтовой матрицы с пропиткой медью.

2. Неудачно сформулирован пункт 2 новизны, поскольку не раскрыта сущность установленной взаимосвязи морфологии, структурно-фазового состояния вольфрамокобальтовой матрицы с металлизированным хромом покрытием на алмазных зернах с её физико-механическими и эксплуатационными свойствами.

3. Пункт 3 в части эффективности технологии получения алмазосодержащих вольфрамокобальтовых матриц инструментального назначения относится в большей мере к практической значимости работы, чем к научной новизне.

4. Не достаточно обоснован выбор металлических порошков для исследования контактного взаимодействия с природным алмазом. Для удаления примесей перед металлизацией алмазов не проводилась термовакуумная обработка металлических порошков. Вероятно, при удалении оксидных пленок происходило бы более активное контактное взаимодействие.

2. Официальный оппонент Бажин Павел Михайлович, доктор технических наук, заместитель директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН», г. Черноголовка.

Замечания:

1. Поскольку в диссертационной работе речь идет о разработке и получении конкретных изделий - алмазных правящих карандашей на основе вольфрамокобальтовой матрицы, то этот момент следовало бы конкретизировать в цели работы.

2. Общее замечание к представленным результатам РЭМ в 3, 4 и 5 главах и их трактовке. В пояснении автор всегда говорит, что из рисунка видно то и то, однако это не совсем так. К примеру, на стр. 50-51 диссертации, указано: «На рис. 15а видно, что вся поверхность ограненной площадки алмаза

металлизирована хромом», но из рис. 15 а этого не видно. Из рис. 24 б (60 стр. диссертации) не наблюдается сплошной тонкий металлизированный слой и т.д. Автору, как минимум, следовало бы привести результаты РЭМ исходной поверхности алмаза с чем можно было бы сравнить, а для более убедительного доказательства следовало бы привести результаты микрорентгеноспектрального анализа как в точке, так и по выделенной площади.

3. В главе 3 в таблицах 1, 2, 3, 4 приведены результаты фазового состава поверхностей раздела алмаз-металл, но при этом не приведены сами дифрактограммы, которые следовало бы привести для наглядности и доказательства. Также следовало бы провести количественный анализ образованных фаз. Возникает вопрос, что авторы подразумевают под фразой «следы». Известно, что РФА не обнаруживает в материале фазы менее 5 масс.%.

4. В выводе из 3 главы автор утверждает, что «в образце алмаз-кобальт обнаружен промежуточный слой почти сплошного графита с островками карбидной фазы (Co_3C)», однако в диссертации данный момент не отражен. На 65 стр. диссертации также стоит отметить опечатки «Мпа».

5. Не ясно каким образом были получены характеристики и данные по толщине металлизированных покрытий, которые приведены в таблице 7 на 70 стр. диссертации.

6. Рис. 30а (71 стр. диссертации) приведен в другом масштабе, что затрудняет понимание и верную трактовку полученных результатов о плотной и более однородной по элементному составу структуре.

7. В таблице 8 (74 стр. диссертации) не все строки имеют в сумме 100 % масс. соотношение химических элементов. При этом возникает вопрос, почему автор не провел сканирование по площади для выявления истинного содержания кислорода в материале, а лишь ограничился его изучением в точке.

8. В главе 5 показано, что удельная производительность полученных алмазных карандашей по разработанной технологии выше до 44,66 % по сравнению с контрольными образцами. Однако не ясно, на каком количестве были проведены эти исследования.

9. Список литературы имеет слишком много устаревших ссылок. Очень мало изучено работ по изучаемой тактике за последние 5 лет.

3. Сафонова Мария Николаевна, кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой «Прикладная механика» Инженерно-технического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова», г. Якутск.

Замечания:

1. Практическая значимость работы существенно бы возросла, если бы диссертант применил разработанную технологию на примере другого изделия, и доказал преимущества предлагаемого в своей научной работе нового композиционного материала для инструментов.

2. Недостаточно определены механизмы формирования структуры материала, для объяснения этих закономерностей кроме изучения физико-химических процессов происходящих на границе алмаз-связка, представляется важным более углубленное обоснование качественной и количественной связи между показателями структуры.

3. Разработан материал, есть экспериментальные результаты, но недостаточно глубокого теоретического раскрытия: какая научная гипотеза и теоретические положения физики твердого тела, теории фазово-структурных превращений, теории строения материалов и т.п. лежат в основе разрабатываемого материала, какие научные положения получили развитие в результате выполненных исследований.

Отзывы на автореферат:

1. Гордеев Сергей Константинович, доктор технических наук, старший научный сотрудник, начальник лаборатории наноматериалов и карбидных композитов АО «Центральный научно-исследовательский институт материалов», г. Санкт-Петербург.

Замечания:

1. При какой температуре происходит (начинается и развивается) формирование карбидного слоя (например, карбида хрома) на поверхности алмаза? Как влияет на толщину образующегося карбидного слоя температура и время выдержки при температуре?

2. Как автор представляет себе механизм взаимодействия отдельных частиц хрома с поверхностью алмаза, приводящего к образованию довольно однородного по толщине слоя карбида хрома? Какие соотношения в скоростях диффузии хрома в углероде и углерода в хrome обеспечивают такой процесс.

2. Зырянов Игорь Владимирович, доктор технических наук, профессор, заместитель директора по научной работе Научно-исследовательского и проектного института «Якутнипроалмаз» АК «Алроса», г. Мирный.

Замечания:

1. Автор не обосновал выбор алмазных карандашей для правки шлифовальных кругов в качестве основного объекта исследований.

2. Чем обоснована выбранная концентрация порошка хрома, равная массе соответствующего алмазного зерна?

3. В работе не раскрыто влияние толщины металлокарбидного покрытия на поверхности алмазных зерен на свойства алмазного инструмента.

3. Панин Сергей Викторович, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией механики полимерных композиционных материалов «Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт физики прочности и материаловедения СО РАН», г. Томск.

Корниенко Людмила Александровна, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории механики полимерных композиционных материалов «Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт физики прочности и материаловедения СО РАН», г. Томск.

Замечаний нет.

4. Бердников Владимир Степанович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе Сибирского отделения РАН», г. Новосибирск.

Замечаний нет.

5. Амосов Александр Петрович, доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой «Материаловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «самарский государственный технический университет», г. Самара.

Замечания:

1. При описании результатов третьей главы диссертации указана прочность соединения контактных пар алмаз-хром, алмаз-кобальт и алмаз-железо, но не указана контактная прочность пары алмаз-титан.

2. В четвертой главе описаны результаты исследования особенностей морфологии, структуры и фазового состава межфазной зоны алмаз-металл, образующейся при термодиффузионной металлизации алмазов переходными металлами, но не определялась контактная прочность металлизированных зерен алмаза в парах с переходными металлами, как это делалось в третьей главе.

3. В тексте автореферата указывается излишняя точность определения механических характеристик: контактная прочность пары алмаз-железо (24,12 МПа), микротвердость матрицы, полученных по гибридной технологии (3608 ± 330 МПа).

Все отзывы положительные. В отзывах отмечены актуальность выбранной темы исследования, научная новизна работы, а также практическая значимость полученных результатов исследования для различных отраслей промышленности (строительной, горнодобывающей, металло-, камнеобрабатывающей и др.).

Выбор официальных оппонентов обосновывается высокой квалификацией специалистов в области Материаловедения, наличием публикаций в соответствующей сфере исследований.

Выбор ведущей организации обусловлен известностью Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» достижениями в области физического материаловедения, в том числе, по разработке композиционных и функционально-градиентных материалов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Разработана методология и концепция создания алмазосодержащих материалов для изделий инструментального назначения, основанные на совмещении процессов металлизации алмаза и спекания вольфрамкобальтовой матрицы с пропиткой медью в одном технологическом цикле.

Предложена научная гипотеза, заключающаяся в разработке методики целенаправленного выбора из числа переходных металлов именно те металлы, которые обеспечивают высокий уровень адгезионно-активного взаимодействия металлокарбидных покрытий на поверхности алмазных зерен, обеспечивающих повышение уровня алмазоудержания вольфрамкобальтовой матрицы.

Подтверждена перспективность использования гибридной технологии получения алмазосодержащих вольфрамкобальтовых матриц – удельная производительность инструмента с металлизированными хромом алмазами превышает в 1,44 раза (на ~44,7%) аналогичный показатель инструмента, полученного по традиционной технологии без металлизации алмазов, при этом локальный ввод порошка хрома вокруг алмазных зерен, благодаря экранирующему эффекту медной фольги, не влияет на структуру и механические свойства матричного материала.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

Установлены закономерности формирования металлокарбидных покрытий на поверхности алмаза и их роль в повышении адгезионной прочности межфазной границы алмаз-матрица и в улучшении эксплуатационных свойств алмазного инструмента;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс взаимодополняющих методов таких, как микрорентгеноспектральный, рентгеноструктурный фазовый анализ, растровая электронная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния;

изложены условия получения и особенности формирования структуры межфазной зоны алмаз-матрица алмазосодержащего вольфрамкобальтового материала, определяющей стойкость и работоспособность алмазного инструмента на его основе;

раскрыто влияние процесса графитизации алмаза при высокотемпературном контактном взаимодействии с переходными металлами на прочность контакта алмаз-металл;

изучено влияние формирования на поверхности алмаза металлокарбидного покрытия, сопровождающийся образованием минимального количества графита, в процессе спекания вольфрамкобальтовой матрицы на прочность ее алмазоудержания и работоспособность инструмента на ее основе.

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

разработана технология получения алмазосодержащего вольфрамкобальтового материала, используемого для изготовления высокоэффективного алмазного инструмента, заключающаяся в совмещении в одном цикле процессов термодиффузионной металлизации поверхности алмазов карбидообразующим металлом и спекания вольфрамкобальтовой матрицы с пропиткой медью;

определены перспективы практического применения результатов исследования для расширения номенклатуры инструментальных изделий на основе разработанного материала, реализация которых позволит значительно снизить расход алмазного сырья и повысить производительность инструментов;

создана система практических рекомендаций для защиты алмаза от графитизации в процессе высокотемпературного спекания и влияния структуры и состава межфазных границ алмаз-матрица на качество и свойства

алмазосодержащего вольфрамкобальтового материала;

представлены предложения по дальнейшему совершенствованию технологии и изучению особенностей производства алмазных инструментов различного назначения.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

результаты получены на современном высокоточном сертифицированном оборудовании, обработка экспериментальных данных проведена на базе компьютерных вычислительных комплексов, что обеспечило воспроизводимость результатов исследований;

теория построена на известных положениях материаловедения и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации;

идея разработки нового алмазосодержащего вольфрамкобальтового **материала** и технологии его получения **базируется** на обобщении передового отечественного и зарубежного опыта в области материаловедения;

использовано сравнение полученных данных по структуре и составу продуктов с опубликованными ранее данными по рассматриваемой тематике;

установлено качественное совпадение результатов по структуре и составу продуктов, образующихся при высокотемпературном контакте алмаза с различными металлами с представленными данными в независимых литературных источниках.

Личный вклад соискателя состоит в: подготовке литературного обзора по теме диссертации, планировании и проведении экспериментальных исследований, анализе и интерпретации полученных результатов, формулировании научных положений и выводов, в апробации результатов исследования и подготовке основных публикаций по выполненной работе.

Диссертационная работа охватывает основные вопросы сформулированной цели исследования и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается логичной структурой разделов диссертации, непротиворечивостью используемых методик и процедур, взаимосвязью полученных результатов и выводов.

Диссертационным советом сделан вывод о том, что диссертационная работа Акимовой Марии Панфиловны является законченной научно-квалификационной работой и отвечает требованиям, установленным пунктом 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г., предъявляемым к кандидатским диссертациям.

На заседании 9 февраля 2022 г. диссертационный совет 24.2.316.01 принял решение присудить **Акимовой Марии Панфиловне** ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение за решение актуальной научно-практической задачи по разработке машиностроительного алмазосодержащего вольфрамокобальтового материала и технологии его получения, используемого для изготовления инструментов с повышенными эксплуатационными характеристиками за счет формирования металлокарбидного покрытия на поверхности алмазных зерен с минимальным содержанием графита.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 9 докторов наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение, участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 13, против 2, недействительных бюллетеней нет.

Председатель диссертационного
совета, д.т.н., доцент



Э.А. Дмитриев

Ученый секретарь диссертационного
совета, к.т.н.

А.Е. Проценко

Дата оформления заключения 9 февраля 2022 г.