

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Кроткевича Дмитрий Георгиевича «**Формирование керамических композитов на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C из прекерамических бумаг**», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

**Актуальность темы диссертационной работы** заключается в разработке новых и перспективных материалов способных работать в агрессивных условиях, таких как повышенные механические нагрузки и коррозионное воздействие. Исследуемые в работе материалы на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C характеризуются высокими механическими свойствами, стойкостью к высоким температурам и коррозионному воздействию, что делает их перспективными материалами для аэрокосмической, энергетической и других отраслей промышленности. Рассматриваемый в работе новый подход, основанный на применении прекерамических бумаг с порошковым наполнителем из МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C, позволяет реализовать изготовление нового класса композиционных и функциональных материалов.

### **Научная новизна работы**

1. Впервые показана возможность применения прекерамических бумаг для получения композиционных материалов на основе МАХ-фазы  $Ti_3Al(Si)C_2$  методом искрового плазменного спекания.

2. Выявлены закономерности формирования фазового состава и микроструктуры композиционных материалов от параметров искрового плазменного спекания и содержания порошкового наполнителя МАХ-фазы  $Ti_3Al(Si)C_2$  в высоконаполненных прекерамических бумагах. Установлено, что увеличение температуры спекания и уменьшение содержания порошкового наполнителя в прекерамической бумаге приводит к разложению МАХ-фазы  $Ti_3Al(Si)C_2$  с образованием фаз TiC и  $Al_2O_3$ .

3. Установлено, что уменьшение содержания МАХ-фазы в композиционных материалах приводит к снижению прочности при изгибе, трещиностойкости и увеличению твердости. Изменение механических свойств может быть связано с механизмами разрушения МАХ-фазы, содержанием вторичных фаз TiC и  $Al_2O_3$  и наличием твердого раствора в МАХ-фазе  $Ti_3Al(Si)_2$ .

4. Разработан подход для изготовления функционально-градиентных материалов на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C с различным соотношением Al/Si, основанный на послойной укладке прекерамических бумаг с порошковыми наполнителями из Al- и Si-обогащенной МАХ-фазы, демонстрирующие прочность при изгибе более 600 МПа и устойчивость в условиях высокотемпературного окисления на воздухе при температуре 1300 °С.

**Достоверность результатов** подтверждается использованием апробированных методик и оборудования, большим объемом экспериментальных данных и соответствием с известными теоретическими и экспериментальными данными.

**Теоретическая значимость работы** подтверждается тем, что были выявлены закономерности формирования структуры и характеристик композиционных и функционально-градиентных материалов, на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C, полученных искровым плазменным спеканием прекерамических бумаг.

**Практическая значимость работы** выражается в том, что на основе технологии прекерамических бумаг была разработана методика и получены функционально-градиентные материалы на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C.

#### **Анализ содержания диссертационной работы**

Работа изложена на 121 странице, включает в себя введение, 4 главы, заключение и список литературных источников, состоящий из 142 наименований.

**Во введении** изложены обоснования актуальности исследуемой темы, сформулированы цели и задачи диссертации. Также приведены положения, представляемые к защите, научная новизна и практическая значимость работы.

**В первой главе** приведен аналитический обзор современной литературы, посвященной изучению материалов на основе МАХ-фаз. В ней обсуждаются методы синтеза данных соединений, режимы их синтеза, а также ключевые физико-механические и химические характеристики на примере системы Ti-Si-Al-C. Также рассмотрены научные публикации, посвященные производству и использованию прекерамических бумаг и функционально-градиентных материалов.



**Во второй главе** описаны применяемые методики для получения прекерамических бумаг с наполнителем из МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C и композитов на их основе. Описаны методы анализа структурно-фазового состояния и механических свойств исследуемых материалов.

**В третьей главе** представлены результаты исследования формирования композиционных материалов на основе МАХ-фаз системы Ti-Si-Al-C. Исследование проводилось при разных режимах искрового плазменного спекания и с использованием различного содержания порошкового наполнителя в прекерамической бумаге. В работе детализировано отражены закономерности изменений в фазовом и элементном составах, а также микроструктуре композиционных материалов, обусловленные спецификой выбранных режимов спекания. Кроме того, представлены результаты анализа механических свойств данных материалов, включая их характеристики при повышенных температурах. Показано, что максимальное содержание МАХ-фазы  $Ti_3Al(Si)C_2$ , достигающее до 86 об.%, наблюдается при температурах спекания не выше 1250 °С. Повышение температуры до 1350 °С вызывает разложение МАХ-фазы с образованием TiC. Снижение доли порошкового наполнителя в прекерамических бумагах с 90 масс. % до 80 и 70 масс. % стимулирует интенсивное разложение МАХ-фазы из-за увеличенного количества свободного углерода, который образуется в процессе термического разложения органических составляющих бумаги.

**В четвертой главе** описан метод изготовления функционально-градиентных материалов, используя прекерамические бумаги с наполнителем из МАХ-фаз из системы Ti-Si-Al-C, имеющим разное соотношение Al и Si. Показано, что создание внешнего слоя из МАХ-фазы  $Ti_3Al(Si)C_2$ , обогащённого Al, способствует увеличению коррозионной стойкости композитов на базе  $Ti_3Si(Al)C_2$  в процессе атмосферного окисления на воздухе при температуре 1300 °С. Устойчивость к высокотемпературному окислению разработанных функционально-градиентных материалов связана с формированием непрерывного и плотного оксидного слоя  $Al_2O_3$ .

**В заключении** приведены основные выводы по выполненной работе.

**В приложении** представлен акт внедрения результатов диссертационного исследования в учебный процесс отделения экспериментальной физики Томского политехнического университета.

По результатам диссертационной работы было опубликовано 9 работ в научных журналах цитируемых в базах данных WoS/Scopus и входящих в

перечень ВАК. Также результаты были апробированы на международных и всероссийских конференциях.

### **Соответствие содержания автореферата содержанию диссертации.**

Автореферат диссертации полностью соответствуют содержанию диссертации и отражает ее суть.

### **Замечания по диссертационной работе**

1. Определение стехиометрического состава порошка ( $\text{Ti}_3\text{Al}_{0,75}\text{Si}_{0,25}\text{C}_2$ ) было произведено, исходя из текста, по результатам ЭДС. Насколько точна такая оценка?
2. В работе приведены размеры зерен у полученных композиционных материалов, однако, отсутствует описание методики определения и доверительный интервал.
3. В работе проводятся измерения механических свойств образцов, в частности проводятся испытания на изгиб миниатюрных плоских образцов и испытания на изгиб образцов размером  $18 \times 2 \times 1,7 \text{ мм}^3$  трехточечным методом, что отличается от методик, приведенных в ГОСТ. Исходя из содержания работы остается неясным, насколько использованные методики соотносятся со стандартами и достоверны ли полученные результаты?
4. На изображении СЭМ, где приведена микроструктура композиционных материалов, автор отмечает зерна МАХ-фазы и  $\text{TiC}$ , однако не ясно на основании чего была произведена идентификация зерен.
5. В работе указано на разложение МАХ-фазы в результате высокотемпературной обработки. Тем не менее, не приводятся конкретные реакции разложения. Реакции, описанные в литературе (таблица 1.2), не соответствуют тем, которые наблюдались автором работы, поскольку отличаются продукты реакции.

Однако, указанные замечания не снижают значимости полученных результатов.

### **Заключение**

Диссертационная работа «Формирование керамических композитов на основе МАХ-фаз системы  $\text{Ti-Si-Al-C}$  из прекерамических бумаг» соответствует требованиям п. 2.1 «Порядка присуждения учёных степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете» (приказ № 362-1/од от 28 декабря 2021 г), а ее автор Кроткевич Дмитрий



Георгиевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5–Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Я, Лернер Марат Израильевич, даю свое согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент

Лернер Марат Израильевич

д.т.н., Заведующий лабораторией физикохимии высокодисперсных материалов ИФПМ СО РАН.

Почтовый адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4

Телефон: (3822) 49-26-19

e-mail: lerner@ispms.ru

Дата «26» апреля 2024 г.

 Лернер М.И.

Подпись Лернера М.И. заверяю

Ученый секретарь ИФПМ СО РАН



  
 Матолыгина Н.Ю.