

## **О Т З Ы В**

**официального оппонента о диссертационной работе Каченюка Максима Николаевича «Формирование структуры и свойств керамических материалов на основе соединений титана, циркония, кремния при консолидации искровым плазменным спеканием», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы**

### **Актуальность темы диссертации**

Техническая керамика широко используется во многих областях техники благодаря широким диапазонам физических и химических свойств. Техническая керамика характеризуется высокой термостойкостью, стойкостью к окислению, твёрдостью. Керамические материалы могут быть проводниками или диэлектриками, высокотемпературная сверхпроводимость наблюдается именно у керамик сложных составов. Незаменимы керамические материалы в качестве конструкционных и антифрикционных материалов в химической промышленности, поскольку инертны к воздействию многих агрессивных сред.

Техническая керамика по составу подразделяется на оксидную и безоксидную, у каждого класса свои физико-механические и высокотемпературные свойства, а следовательно, и области применения. Оксидная керамика обладает более высокой стойкостью к окислению на воздухе, к безоксидным керамическим материалам относятся наиболее твёрдые соединения, а также соединения со специальными свойствами: полупроводники, электропроводные материалы, материалы со слоистой структурой, область применения которых весьма широка.

Большинство технической керамики получают по технологии порошковой металлургии, включающей приготовление шихты заданного состава, формование и высокотемпературную обработку. Определённые трудности имеются как на этапе формования, так и при спекании

керамических изделий. Формование необходимо проводить с применением пластификаторов, а для спекания используется дорогостоящее оборудование, позволяющее проводить длительную термообработку при температурах 1100 — 2200 °С.

Перспективным является метод искрового плазменного спекания, позволяющий, с одной стороны, совместить этапы формования и спекания в одном процессе, а с другой — обладающий более высокой производительностью, чем методы горячего прессования и изостатического горячего прессования за счёт высокой скорости нагрева и непродолжительной выдержки. Дополнительным преимуществом кратковременного термического воздействия является возможность сохранения субмикроструктурной и нанокристаллической структуры исходного порошка. Установки искрового плазменного спекания обладают простым устройством рабочей камеры из-за отсутствия нагревателей, высокого давления газов и уменьшения суммарной толщины радиационных экранов.

Тема исследований формирования структуры и её влияние на свойства композиционных керамических материалов на основе соединений титана, циркония, кремния, разработанная автором, актуальна, и выбранный метод получения керамических материалов искровым плазменным спеканием (ИПС) — один из наиболее перспективных методов консолидации — целесообразен.

Метод ИПС позволяет успешно консолидировать разнородные материалы, однако параметры изготовления методом ИПС, фазо- и структурообразование в материалах на основе двойных и тройных соединений системы Ti-Si-C изучены недостаточно. Поэтому автором в исследованиях много внимания уделено изучению формирования структуры и свойств керамических материалов при ИПС. Для оптимизации структуры и свойств материала автором рассмотрены несколько вариантов составов

композиционных керамических материалов и проведено сравнение различных методов консолидации: реакционного спекания, горячего прессования, искрового плазменного спекания.

Автором экспериментально и с помощью расчетов изучено влияние состава и параметров консолидации на формирование структуры и физико-механические свойства композиционных керамических материалов, на основе чего выбраны оптимальные параметры и разработана технология получения деталей пар трения.

Считаю, что диссертационная работа М.Н. Каченюка является актуальной, так как в ней на основе систематического изучения формирования структуры и свойств композиционных керамических материалов из соединений титана, циркония, кремния решены задачи оптимизации структуры и свойств разработанных антифрикционных и теплозащитных материалов.

#### **Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций**

Диссертантом проанализированы основные методы получения керамических материалов на основе соединений титана, циркония, кремния, изучены закономерности формирования структуры и свойств в композиционных керамических материалах, известные составы для получения износостойких керамических материалов, отраженные в современной научно-технической литературе. Список использованной литературы содержит 238 наименования российских и зарубежных источников.

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы не вызывает сомнений, так как они базируются на фундаментальных представлениях современных наук о строении твердого тела и разрушении, базовых положениях материаловедения и теории порошковой металлургии о механизмах формирования структуры композитов, теории спекания порошковых материалов.

## Достоверность и новизна результатов

Достоверность результатов обеспечена использованием современного исследовательского оборудования, сочетанием различных взаимодополняющих методик эксперимента и исследования, применяемых при получении и анализе научной информации на основе ГОСТов и ISO; экспериментальный массив данных статистически обработан, выполнена экспериментальная верификация моделей с высокой степенью достоверности.

Соискателем на основании анализа литературных источников с применением алгоритма расчёта фазовых равновесий в многокомпонентных системах института физики металлов УрО РАН разработана тройная диаграмма фазовых состояний, позволяющая прогнозировать фазовый состав в системе «титан-кремний-углерод». Достоверность подтверждена экспериментальными результатами формирования фазового состава при различных видах реакционного синтеза;

установлен механизм и кинетика образования соединений в системе Ti — SiC — C при механоактивации (МА) в планетарной мельнице;

на основе структурно-фазового анализа и кинетики уплотнения, определен механизм формирования структуры при искровом плазменном спекании системы «Ti – SiC – C»;

получены экспериментальные закономерности формирования фаз в системе «Ti – SiC – C» при различных видах консолидации, позволяющие прогнозировать фазовый состав материала от параметров синтеза;

обнаружены особенности формирования микроструктуры в соединениях титана с кислородом при ИПС, заключающиеся в образовании ламеллярных элементов структуры нестехиометрического состава;

на основе установленных закономерностей разработана серия новых композиционных материалов «Ti – SiC – C», полученных методом ИПС, об-

ладающих повышенной износостойкостью за счет высокой плотности, формирования карбидов и слоистых квазипластичных ламеллярных фаз.

Основные положения диссертации нашли отражение в многочисленных публикациях автора в ведущих российских и зарубежных научно-технических изданиях, в том числе, рекомендованных ВАК РФ и входящих в Международные базы цитирования, а также были доложены на российских и международных научно-технических конференциях.

### **Практическая и теоретическая значимость результатов работы**

Значимость для науки полученных автором результатов заключается в том, что определены закономерности формирования состава и структуры керамических материалов на основе соединений титана, циркония кремния, что позволит получать новые керамические материалы заданного состава.

Особую ценность работы составляют проведённое сравнение экспериментального состава получаемых материалов с теоретическим моделированием фазового равновесия тройной системы  $Ti - Si - C$ , проведённого в рамках работы.

Проведена аппроксимация полученных экспериментальных закономерностей изменения состава и свойств математическими моделями.

Предложен новый состав износостойкого керамического композиционного материала, получаемого искровым плазменным спеканием и показана его повышенная износостойкость при сухом трении по сравнению с карбидом кремния.

Разработана и испытана технология изготовления износостойких керамических пар трения для торцевых уплотнений и осевых опор центробежных насосов.

Проведены стендовые испытания экспериментальных образцов торцевых уплотнений центробежного насоса, показавшие отсутствие заметного износа.

Значимость полученных автором результатов для производственной практики заключается в разработке композиционных керамических материалов, которые по триботехническим свойствам превосходят аналоги, полученные горячим прессованием, со значительным ожидаемым экономическим эффектом от внедрения за счёт снижения трудоёмкости изготовления и повышения долговечности работы.

Практическая значимость полученных результатов диссертационной работы подтверждается патентами на изобретения, актами исследований и испытаний и разработанной технологической документацией на изготовление пар трения по способам, предложенным в диссертации.

**Замечания:**

- 1) В качестве одного из замечаний к диссертационной работе следует отметить краткость изложения положений, выносимых за защиту, что усложняет понимание концептуальных научных результатов диссертационной работы.
- 2) В диссертации автор демонстрирует хорошее владение методами рентгеноструктурного анализа, однако при этом в вопросах кинетики фазообразования ограничивается анализом размеров областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей и микродисторсии кристаллических решеток. Хорошо известно, что наиболее полные данные по структурно-фазовым изменениям в столь сложной системе, как МАХ-фаза  $Ti_3SiC_2$ , могут быть получены при анализе изменений параметров элементарной ячейки.
- 3) Нельзя согласиться с обсуждением полученных результатов, относящихся к расчету энергии активации (раздел 5.1). Так, например, в качестве основного механизма спекания на первой стадии автор выделяет формирование межчастичных контактов преимущественно за счет массопереноса в режиме пластического течения. Однако температурный интервал первой стадии 300-650 °С, что весьма недостаточно для массопереноса посредством пластического течения.

4) На многих графиках в диссертации отсутствуют доверительные интервалы определенных экспериментально величин. Очевидно, автор приводит средние значения, но при этом в тексте диссертации не акцентирует на этом внимание.

5) В тексте диссертации присутствуют некоторое отклонение от принятого в научной среде изложения материала. Так, например, автор на рисунке 40 автор указывает на точку на снимке с пометкой  $Ti_xSi_y$ , без подтверждения результатами элементного анализа.

### **Заключение**

Считаю, что диссертационная работа Каченюка М.Н. отвечает требованиям п.9 “Положения о присуждении ученых степеней” от 24 сентября 2013 г. № 842 ВАК при Министерстве образования и науки Российской Федерации, предъявляемым к докторским диссертациям. В ней изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения в области создания антифрикционных керамических композиционных материалов с повышенными триботехническими характеристиками.

Содержание диссертационной работы соответствуют паспорту научной специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы (05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы) по пунктам: 2. Исследование и моделирование физико-химических процессов получения полуфабрикатов и изделий из порошковых, композиционных материалов с металлической, углеродной, керамической матрицей и армирующими компонентами различной неорганической природы, разработка оборудования и технологий. 5. Изучение структуры и свойств порошковых, композиционных материалов, покрытий и модифицированных слоев на полуфабрикатах и изделиях, исследование процессов направленной кристаллизации изделий из порошковых и композиционных материалов, разработка технологий и оборудования. 6. Разработка и совершенствование

технологических процессов производства, контроля и сертификации полуфабрикатов и изделий различного назначения из порошковых и композиционных материалов, а также материалов и изделий с покрытиями и модифицированными слоями.

Диссертация написана логично и грамотно, аккуратно оформлена. В заключение каждой главы сделаны четкие выводы. Выводы и рекомендации обоснованы.

Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

Автор представленной работы М.Н. Каченюк заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.5.6. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Официальный оппонент,  
зам. директора по научной работе ФГБУН  
«Институт физики прочности и  
материаловедения Сибирского отделения  
Российской академии наук», доктор  
технических наук, профессор



Буякова  
Светлана Петровна

634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4  
тел.: +7(3822) 286-851, e-mail: sbuyakova@ispms.ru

«10» февраля 2023 г.

Подпись С.П. Буяковой заверяю  
Ученый секретарь ИФПМ СО РАН



Н.Ю. Матолыгина

*Дано свое согласие на обработку  
персональных данных и  
внесение их в авторитетную  
базу Каченюка М.Н.  
Насимовича ( ) и С.П. Буякова*