

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 исследования

Керамические материалы в технике находят широкое применение благодаря высокой твёрдости, износостойкости, стойкости к воздействию высоких температур. При этом, композиционные керамические материалы обладают лучшим комплексом свойств, поскольку сочетание разнородных фаз в структуре материала позволяет создать синергетическое сочетание их характеристик и также расширять области применения. Для получения плотных керамических материалов обычно используются методы, сочетающие высокие температуры, давление, самораспространяющийся высокотемпературный синтез. Существующие методы получения керамических материалов обладают рядом ограничений: сложность получения низкопористой керамики заданного состава, низкая производительность методов консолидации с применением давления. Искровое плазменное спекание (ИПС) обладает относительно высокой производительностью и позволяет управлять формированием структуры, регулируя параметры процесса. Этот метод применяется для консолидации практически всех керамических материалов. Однако, параметры изготовления методом ИПС, фазо- и структурообразование в материалах на основе двойных и тройных соединений системы Ti-SiC-C изучены недостаточно. Установление закономерностей уплотнения порошковых материалов и формирования структуры керамики позволит разработать

технологии получения широкого ряда керамических износостойких и термостойких материалов на основе титана, кремния, циркония.

Таким образом, предложенная в диссертации Каченюка М.Н. задача по исследованию формирования структуры и свойств керамических материалов на основе соединений титана, циркония кремния является актуальной.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Диссертантом изучены и проанализированы известные методы консолидации керамических материалов, используемые для получения износостойких, коррозионно- и термостойких керамических изделий. Особое внимание уделено получению и свойствам керамических материалов на основе карбида титана, кремния, оксидов титана и циркония. Список использованной литературы содержит 238 наименования.

С помощью алгоритма расчёта фазовых равновесий в многокомпонентных системах института физики металлов УрО РАН проведено моделирование фазовых равновесий в системе Ti-Si-C (вывод 1).

В процессе исследования установлены кинетика и механизмы фазообразования при механоактивации систем Ti-SiC-C, Ti-SiC-C-Al₂O₃ (вывод 2).

Установлены кинетические параметры и закономерности фазообразования в системе Ti-SiC-C при различных видах консолидации (вывод 3).

Проведено сравнение экспериментальных данных с результатами моделирования фазового состава, которое показало, что тройная диаграмма может быть использована для прогнозирования фазового состава при определённых параметрах спекания, горячего прессования, искрового плазменного спекания (вывод 4).

Установлено влияние модифицирующих добавок нанодисперсных карбидов кремния и титана, оксида алюминия на формирование фазового состава и свойств при ИПС системы Ti-Si-C. Показано положительное влияние карбида титана и оксида алюминия на повышение доли карбосилицида титана и физико-механические свойства материалов за счет подавления синтеза силицидов титана (вывод 5).

Определены прочностные и триботехнические свойства керамических материалов системы Ti-Si-C, а также стойкость к окислению (вывод 6).

Исследовано формирование структуры керамических материалов и градиентных материалов на основе диоксидов титана и циркония при искровом плазменном спекании (выводы 7, 8).

Разработаны технологические схемы производства износостойких материалов и оснастка для получения изделий «Торцевое уплотнение» на основе системы Ti-Si-C. Изготовлены опытные образцы торцевого уплотнения, которые прошли ускоренные ресурсные стендовые испытания при температуре -30 °С в течение 500 ч. Материалы системы «медь-карбосилицид титана» апробированы в качестве электродов-инструментов для электроэрозионной обработки инструментальных сталей (вывод 9).

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы не вызывает сомнений, так как они основаны на базовых положениях материаловедения и теории порошковой металлургии в части фундаментальных представлений о механизмах формирования структуры, закономерностях спекания и теории трения.

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, однако, экспериментальный массив данных в большинстве случаев статистически не обработан. В диссертации подробно приведены

характеристики всех материалов, взятых для изучения, а также методики эксперимента и исследования.

Научная новизна и значимость работы

Впервые разработана тройная диаграмма фазовых состояний, позволяющая прогнозировать фазовый состав в системе Ti-Si-C. Достоверность подтверждена экспериментальными результатами формирования фазового состава при различных видах реакционного синтеза.

Установлен механизм образования соединений в системе Ti – SiC – C при механоактивации (МА), заключающийся в протекании экзотермической лавинообразной реакции при превышении порогового значения энергонасыщенности в 555 Дж/кг и длительности МА в течение 2 ч. Показана необходимость МА для синтеза карбосилицида титана, а также каталитическое действие оксидов алюминия и циркония на синтез карбосилицида титана.

На основе структурно-фазового анализа и кинетики уплотнения, определен механизм формирования структуры при ИПС системы Ti-SiC-C, включающий стадии формирования межчастичных контактов; диффузионное взаимодействие титана, кремния и углерода; полиморфное превращение титана; реакции образования карбосилицида титана. Показано каталитическое влияние оксида алюминия в количестве 3-7 мас. % при температуре 1400 °С на синтез карбосилицида титана через образование силицидов титана.

Получены экспериментальные закономерности формирования фаз в системе Ti-SiC-C при различных видах консолидации. Установлено, что формирование аналогичных фазовых составов при ИПС происходит при пониженной температуре, что связано с высокой скоростью нагрева и воздействием локального нагрева на межчастичных контактах.

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, и обладающих повышенной (до 10 раз) износостойкостью по сравнению с карбидом кремния за счет высокой плотности, формирования карбидов и слоистых квазипластичных ламеллярных фаз, подавления синтеза силицидов по границам зерен.

Полученные результаты являются новыми.

Основные положения диссертации нашли отражение в публикациях автора, а также прошли апробацию на научно-технических конференциях.

Полученные результаты о механизмах и кинетике фазообразования соединений титана, циркония, кремния внесут значительный вклад в теорию и практику наук о материалах.

Практическая значимость

заключается в том, что разработаны новые износостойкие материалы на основе карбида титана, полученные методами ИПС (патент № 2610380, № 2372167), обладающие не менее чем в 10 раз большей износостойкостью по сравнению с карбидом кремния;

разработаны технологические рекомендации для производства износостойких материалов на основе карбосилицида титана методом ИПС (патент № 2638866), обеспечивающие повышенные ресурс работы и более высокую производительность изготовления по сравнению с ГП;

разработан способ получения композиционного керамического материала на основе карбосилицида титана методом ГП (патент № 2421534), позволяющий в 7-10 раз повысить ресурс работы пар трения по сравнению с карбидом кремния, полученного ГП;

показана возможность использования карбосилицида титана для изготовления композиционных электродов-инструментов на основе меди для электроэрозионной обработки металлов с пониженным относительным электроэрозионным износом за счет хорошей электропроводности и слоистой структуры карбосилицида титана;

показана возможность использования ИПС для формирования градиентного материала системы "металл-керамика" и предложена его архитектура (патент РФ № 2766404). Разработанная технология обеспечивает формирование керамического теплозащитного слоя на жаропрочных сплавах;

разработана и изготовлена установка ГП для проведения экспериментальных работ по исследованию влияния параметров консолидации на структуру и свойства керамических материалов на основе тугоплавких соединений.

разработана технологическая оснастка, технологические рекомендации для производства детали «Торцевое уплотнение» (лабораторный регламент, патент № 2639437), удовлетворяющих техническим условиям на детали торцевого уплотнения центробежных насосов системы охлаждения дизельного двигателя ДТ-50 (акты испытаний). По разработанной технологической схеме изготовлены опытные образцы и проведены ускоренные климатические испытания, показавшие отсутствие заметного износа и протечек. Произведён расчёт предполагаемого экономического эффекта, связанного со снижением частоты замены деталей пар трения.

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 по диссертации:

1. Пункт 6 научной новизны относится к практической значимости
2. Желательно было бы оценить влияние режимов механической активации и вводимых добавок на текучесть, насыпную плотность и уплотняемость получаемых смесей.
3. В описании используемых материалов нет ГОСТ или ТУ на порошки оксида титана, оксида циркония и оксида алюминия, не указаны их чистота и размер частиц.
4. В методиках исследований не описаны методики оценки износостойкости и определения предела прочности на изгиб
5. В работе используется термин "механоактивация" и описываются режимы обработки материалов в планетарно-центробежных мельницах. Однако, исходя из описываемых результатов, было правильнее бы говорить о механосинтезе. Де-факто, данные РФА, четко показывающие образование соединения Ti_3SiC_2 , которого в исходных материалах не было, позволяют говорить о том, что в представленной работе описан именно механосинтез.
6. В разделе 7.2.3 представлены результаты по искровому плазменному спеканию интерметаллического сплава $MCrAlY$. даны зависимости микротвердости сплава Инконель от температуры ИПС и т.д., что не совсем относится к теме данной диссертации.
7. В работе имеются погрешности оформления, так на рисунках 15, 16, 17, нет подписей оси X и Y, на рисунках 23, 24 нет подписи оси Y, рисунки 52, 53 подписи осей на английском языке, на рисунках 55, 60 и 61 непонятные подписи по оси Y, на рисунках 100 и 101 не указано увеличение.

Указанные замечания не снижают качества исследования и не влияют на главные теоретические и практические результаты диссертации.

Заключение

Содержание диссертационной работы соответствует 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 заключении каждой главы приведены научно обоснованные выводы.

Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

В диссертации Каченюка М.Н. изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения и разработки по получению новых композиционных керамических материалов антифрикционного и теплозащитного назначения.

Диссертационная работа Каченюка М.Н. отвечает требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней» (утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842), предъявляемым к диссертациям, представленным на соискание ученой степени доктора наук.

Автор представленной работы, Каченюк Максим Николаевич, заслуживает присуждения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Согласна на включение в аттестационное дело и дальнейшую обработку моих персональных данных, необходимых для процедуры защиты диссертации Каченюка М.Н.

Официальный оппонент,
доктор технических наук, профессор,
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования «Национальный
исследовательский технологический
университет «МИСИС», профессор
(2.6.5 Порошковая металлургия и
композиционные материалы)

Еремеева
Жанна Владимировна

Подпись Еремеевой Жанны Владимировны заверяю,

Проректор по безопасности и

общим вопросам НИТУ МИСИС _____ М.П.



И.М. Исаев

119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1,
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Национальный исследовательский технологический университет
«МИСИС».

Электронный адрес: kancela@misis.ru

Телефон: [+7 495 955-00-32](tel:+74959550032)