

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Умерова Эмиля Ринатовича

“Получение керметов с использованием самораспространяющегося высокотемпературного синтеза керамических каркасов  $TiC$ ,  $Ti_3SiC_2$ ,  $Ti_3AlC_2$  и последующей самопроизвольной инфильтрации расплавами металлов  $Al$ ,  $Sn$ ,  $Cu$ ”, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

На отзыв представлены:

- текст диссертационной работы на 186 страницах, включая введение, четыре главы, заключение и библиографический список из 151 источника;
- автореферат диссертации на 22 страницах, включая список из 15 основных публикаций по теме диссертационной работы, из которых 4 статьи в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, 7 публикаций, входящая в базу данных Scopus и/или Web of Science, 1 патент, 4 публикации в других изданиях.

### **Актуальность диссертационной работы**

Одним из наиболее эффективных решений проблемы растущих требований современной техники к уровню свойств материалов является создание новых композиционных материалов, позволяющих объединить преимущества разных по природе материалов, а также разработка новых энергосберегающих технологий их получения. Керамико-металлические композиты (керметы) благодаря присутствию металлической фазы меньше подвержены хрупкости керамических фаз, обеспечивая повышенную пластичность и прочность за счет улучшения вязкости (трещиностойкости) композитов при сохранении их «керамических» свойств (твердости, износостойкости, жаропрочности, химической стойкости, низкого удельного веса). Такой набор свойств делает их привлекательным материалом для авиакосмической техники, энергетики, химического машиностроения, автомобильного транспорта и многих других отраслей промышленности. Однако существующие технологии их получения

нуждаются в сложном дорогостоящем оборудовании, а процесс соединения керамики с металлом как правило, отличается высокой энергозатратностью и длительностью. Поэтому существует настоятельная необходимость в разработке новых простых и энергосберегающих методов получения керметов с повышенными свойствами. Наиболее простым и энергоэффективным способом соединения керамики и металла является метод самопроизвольной инфильтрации (пропитки без давления) пористого керамического тела (каркаса) металлическим расплавом за счет капиллярного эффекта. К достоинствам этого метода относятся возможность изготавливать габаритные изделия сложной формы и низкая стоимость по сравнению с методами порошковой металлургии. Однако осуществление самопроизвольной инфильтрации неразрывно связано с обеспечением хорошего смачивания расплавом металла керамической фазы, а также с получением керамической фазы в виде заготовки с равномерной открытой пористо-капиллярной структурой, способной впитать расплав металла. Существующие подходы к получению пористого каркаса основаны на различных методах спекания керамических порошков, а самопроизвольная пропитка обеспечивается подбором системы «керамика/металлический расплав» с ограниченной химической активностью фаз, способствующей смачиванию, созданием специальной газовой атмосферы или введением легирующих добавок в каркас и/или в металл, улучшающих смачивание. Такие подходы существенно ограничивают вариативность керамических и металлических компонентов, из которых возможно изготовить композит, а большая энергоемкость существующих методов и сложность их реализации приводят к снижению конкурентно-способности таких композитов.

Для получения керамико-металлических композитов перспективу промышленного использования имеет самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), позволяющий синтезировать многие керамические соединения в режиме горения. При этом синтезированные продукты саморазогреваются до высокой температуры (2000-3000°C), что



одновременно обеспечивает получение керамического пористого каркаса путем быстрого (в течение секунд) спекания керамических частиц и хорошее смачивание расплавом металла, которое обычно улучшается при повышении температуры. Уже известны методы силового СВС-компактирования и центробежной инфильтрации, где большой тепловой эффект реакции СВС используется одновременно для синтеза керамического каркаса и расплавления металла для вынужденной инфильтрации синтезированного каркаса. Но эти методы связаны с применением достаточно сложного оборудования для вынужденной инфильтрации и ограничены тем, что за счет тепла реакции СВС может быть расплавлено только ограниченное количество металла, что лимитирует габариты синтезируемого кермета. Нехватка энергии, выделяющейся в процессе СВС, также не позволяет одновременно расплавлять металл и обеспечивать его самопроизвольную инфильтрацию в пористый СВС-каркас без приложения избыточного давления, что приводит только к частичной пропитке и получению керметов со значительной неоднородностью и высокой остаточной пористостью. Применение расплава металла, полученного предварительно за счет нагрева от внешнего источника, может устранить указанное ограничение и использовать массу расплава, достаточную для полной пропитки керамического СВС-каркаса, без приложения избыточного давления, обеспечивая высокую энергоэффективность и интенсивность процесса изготовления керметов увеличенных габаритов без применения сложного и специального оборудования. В связи с этим актуальной является задача изучения возможности получения керметов с самопроизвольной, без приложения избыточного давления, инфильтрацией расплавами металлов керамических каркасов, полученных методом СВС.

#### **Научная новизна диссертационной работы.**

1. Впервые проведено исследование возможности применения метода СВС для синтеза пористой керамической заготовки на воздухе и последующего

обеспечения самопроизвольной инфильтрации расплавом металла, приготовленным предварительно за счет нагрева от внешнего источника, с целью получения малопористого кермета.

2. Впервые получены образцы новых СВС-керметов  $TiC-Al$ ,  $Ti_3AlC_2-Al$ ,  $Ti_3SiC_2-Cu$ ,  $Ti_3SiC_2-Sn$  при невакуумном горении на воздухе с приблизительно равными объемными долями металла и керамики, и сравнительно низкой остаточной пористостью, а также разработаны и экспериментально опробованы различные схемы сочетания СВС и последующей самопроизвольной пропитки расплавом, представляющие новый способ получения керметов.

3. Впервые исследованы закономерности процесса самопроизвольной инфильтрации приготовленных заранее расплавов металлов в неостывшие пористые СВС-каркасы.

4. Впервые исследованы структура и фазовый состав полученных новых СВС-керметов, а также их физико-механические свойства.

#### **Практическая значимость работы:**

1. Получены керамические СВС-каркасы  $TiC$ ,  $Ti_3AlC_2$  и  $Ti_3SiC_2$  с однородной структурой, высокой долей открытых пор, а также достаточной прочностью путем проведения синтеза в атмосфере воздуха, без предварительной термовакуумной обработки порошковых реагентов.

2. Разработаны технологические основы реализации простого и энергоэффективного способа получения керметов с применением СВС для синтеза пористой керамической заготовки с последующей самопроизвольной инфильтрацией расплавом, не требующей сложного и дорогого технологического оборудования (реакторы, высокотемпературные печи, прессовое оборудование и т.п.).

3. Полученные СВС-керметы имеют приблизительно равное объемное соотношение металла и керамики, что позволяет эффективно совмещать преимущества обоих компонентов в одном композитном материале, который обладает повышенным пределом текучести по сравнению с металлом



матрицы, пониженным коэффициентом трения и повышенной износостойкостью. СВС-керметы имеют структуру двух взаимопроникающих матриц во всех трех пространственных направлениях и при этом обладают относительно высокой площадью контакта между керамикой и металлом, обеспеченной глубоким проникновением жидкого металла в наиболее мелкие поры и капилляры (менее 1 мкм) керамического каркаса.

4. Разработан новый способ получения керметов, защищенный патентом РФ на изобретение.

#### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. СВС позволяет при горении в атмосфере воздуха синтезировать пористые керамические каркасы  $TiC$ ,  $Ti_3AlC_2$ ,  $Ti_3SiC_2$  с достаточной прочностью и температурой после синтеза для обеспечения смачивания и самопроизвольной инфильтрации расплавом металла на воздухе за счет действия капиллярных сил.

2. Сочетанием метода СВС с последующей самопроизвольной инфильтрацией расплавом металла, приготовленным предварительно за счет нагрева от внешнего источника, возможно получение керамико-металлических композиционных материалов.

3. Полученные в результате горения горячие каркасы МАХ-фаз  $Ti_3AlC_2$ ,  $Ti_3SiC_2$  необходимо подвергать самопроизвольной инфильтрации расплавом металлов с паузой до 7-10 с после завершения горения с целью обеспечения завершения структурообразования МАХ-фаз в каркасе.

4. Начальная температура приготовленного инфильтруемого расплава наряду с легированием и временной паузой после окончания горения и перед началом инфильтрации существенно влияют на степень химического взаимодействия между расплавом и каркасом, на глубину и полноту пропитки, а также на физико-механические свойства СВС-керметов.

#### **Достоверность полученных результатов.**

Достоверность результатов работы обеспечена использованием аппаратных методов с помощью современного научно-исследовательского оборудования,

необходимым количеством полученных экспериментальных данных, сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов. Достоверность научных и практических результатов подтверждается заключениями экспертов Российского фонда фундаментальных исследований, публикациями в рецензируемых научных журналах, а также полученным патентом РФ.

**По диссертационной работе Э.Р. Умерова имеются следующие замечания.**

1. В рамках поставленной задачи прочность металло-керамических образцов в значительной степени определяется соотношением открытой и закрытой пористости керамических каркасов  $TiC$ ,  $Ti_3AlC_2$  и  $Ti_3SiC_2$ . Было бы полезно изучить снижение пористости, используя введение газифицирующих добавок в исходную смесь на стадии получения керамических каркасов. Снижение пористости керамических каркасов, в свою очередь, приведет к снижению пористости после фильтрационной пропитки и повышению прочности керамики-металлических композитов.
2. В диссертации показано, что полученные образцы СВС-керметов обладают неоднородной плотностью и, соответственно, неравномерным распределением пористости по объему образцов. К сожалению, диссертантом не исследованы и не указаны приемы увеличения однородности образцов СВС-керметов и равномерности распределения пористости в них.
3. По-видимому, одной из проблем в исследовании и получении металло-керамических образцов является отделение песка от образца. Решением этой задачи может быть замена кварца на более тугоплавкую окись алюминия.

#### **Общее заключение по работе**

Сделанные замечания, которые в основном носят характер пожеланий для последующих исследований диссертанта, не могут существенным образом повлиять на общую, несомненно, положительную оценку рецензируемой работы. Работа является законченным научным исследованием и выполнена



автором на высоком методическом уровне.

В диссертационной работе решена важная научно-техническая задача. Новые научные результаты, полученные диссертантом, имеют существенное значение для развития материаловедения композиционных материалов и разработке новых промышленных технологий получения керамико-металлических композитов. Содержание глав диссертации хорошо увязано друг с другом и излагаются грамотно и профессионально.

В диссертационном исследовании было использовано современные высокоточные методы: сканирующая электронная микроскопия – для изучения микроструктуры и элементного состава получаемых керметов; рентгенофазовый анализ – для определения фазового состава СВС-керметов; порометрия – для определения пористости исходных непропитанных СВС-каркасов и для изучения остаточной пористости пропитанных СВС-керметов; высокоскоростная видеосъемка для изучения интенсивных процессов СВС каркаса и инфильтрации расплава металла в поры каркаса; общепринятые методики определения твердости, микротвердости, прочности для объективной оценки уровня механических свойств получаемых СВС-керметов.

Автореферат достаточно полно и правильно отражает содержание диссертации. По объему выполненных задач, актуальности исследования и практической значимости полученных результатов работа Э.Р. Умерова полностью удовлетворяет всем требованиям, в том числе п. 9, предъявляемых к кандидатским диссертациям, изложенным в «Положении о присуждении ученых степеней», утвержденном постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г., и соответствует паспорту специальности 2.6.17. Материаловедение (05.16.09 Материаловедение (машиностроение)) по пунктам 1 и 4, а ее автор – Умеров Эмиль Ринатович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Даю согласие на обработку моих персональных данных.

Официальный оппонент,  
заведующий лабораторией жидкофазных СВС-процессов и литых материалов,  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт  
структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова  
Российской академии наук» (ИСМАН), профессор, доктор технических наук  
(01.04.17. Химическая физика, в том числе физика горения и взрыв

Юхвид Владимир Исаакович

4 сентября 2023 г.

Телефон 8 (49652) 46396. E-mail: yukh@ism.ac.ru.

142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академик

Подпись В.И. Юхвида удостоверяю.

Ученый секретарь ИСМАН, к.т.н.



Е.В. Петров