

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертацию Лазарева Павла Андреевича

«Самораспространяющийся высокотемпературный синтез интерметаллидных соединений на основе систем Ti-Al-X (X=Mg, Si, Mn)», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 1.3.17. Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества

Актуальность избранной темы и выполненной работы

Диссертационная работы Лазарева П.А. посвящена разработке перспективных материалов и технологии их получения, что определяет её высокую фундаментальную и прикладную значимость. С одной стороны, исследуемые интерметаллидные соединения на основе системы Ti-Al представляют собой класс конструкционных материалов для критически важных отраслей. Уникальное сочетание низкой плотности, высокой удельной прочности, коррозионной стойкости и способности сохранять свойства при повышенных температурах делает их идеальными кандидатами для производства деталей газотурбинных двигателей, элементов аэрокосмической техники и высоконагруженных узлов в энергетике, авиа- и автомобилестроении. Однако ключевым барьером для их массового применения остаются присущая им недостаточная пластичность при комнатной температуре и ограниченная жаростойкость.

Решением этой проблемы является целенаправленное легирование интерметаллидных соединений третьим элементом для придания новых функциональных свойств. В данном исследовании в качестве модифицирующих добавок выбраны магний (Mg), кремний (Si) и марганец (Mn). Каждый из этих элементов выполняет специфическую функцию по улучшению комплекса свойств. Магний как летучий элемент позволяет управлять структурой и пористостью материала в процессе синтеза. Кремний, являясь классическим упрочнителем, существенно повышает жаропрочность за счёт образования дисперсных интерметаллидных фаз. Стабилизация высокотемпературной β -фазы, достигаемая введением марганца (до 2%), является ключевым фактором кардинального улучшения технологических свойств сплавов — их пластичности и обрабатываемости. Таким образом, поиск оптимального состава и изучение влияния легирования на структуру и свойства является актуальной научно-технической задачей.

С другой стороны, не менее актуальным является выбранный метод синтеза — самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС). По сравнению с традиционными энергоёмкими технологиями, такими как вакуумная плавка или длительное спекание, СВС предлагает принципиально иной, ресурсосберегающий подход. Процесс, инициируемый локальным источником тепла, далее протекает автономно за счёт экзотермической реакции между исходными порошками. Это позволяет за секунды получать целевые соединения с высокой чистотой и возможностью формирования метастабильных фаз. Использование метода СВС для получения многокомпонентных интерметаллидов Ti-Al-X отвечает современным трендам в материаловедении, направленным на создание экономичных, быстрых и управляемых технологий.

Таким образом, обобщённая актуальность диссертационной работы Лазарева П.А. заключается в синтезе двух востребованных направлений: разработки новых композиций перспективных высокотемпературных материалов и совершенствования прогрессивной технологии их производства. Результаты исследования вносят вклад как в фундаментальное понимание кинетики и механизмов горения в сложных системах, так и в

прикладную задачу оптимизации режимов СВС для получения материалов с воспроизводимыми и улучшенными эксплуатационными характеристиками.

Содержание диссертационной работы

Диссертация Лазарева П.А. состоит из введения, пяти глав, выводов и списка использованных источников, состоящей из 173 наименований. Объём диссертации составляет 169 страниц.

Во введении диссертационной работы обоснована актуальность темы исследований, сформулированы цели и задачи работы, представлены научная новизны, практическая значимость результатов, сформулированы защищаемые положения.

Глава 1 содержит аналитический обзор публикаций, соответствующих теме диссертации, посвящённых синтезу интерметаллидных соединений на основе систем Ti-Al-X ($X = \text{Mg, Si, Mn}$), включает комплексный анализ существующих исследований. В обзоре представлена краткая историческая справка об открытии и развитии интерметаллидных материалов, описаны их ключевые физико-механические свойства и определены перспективные области их применения в аэрокосмической, энергетической и транспортной отраслях. Проведён сравнительный анализ традиционных методов получения интерметаллидов, таких как дуговая плавка, порошковая металлургия и направленная кристаллизация, с выделением их основных ограничений: высокой энергоёмкости, длительности процессов, сложности контроля микроструктуры и фазового состава. На этом фоне детально рассмотрены современные подходы к самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу (СВС), включая классификацию процессов и влияние параметров шихты на кинетику и результаты синтеза. Особое внимание в обзоре уделено состоянию исследований по бинарной системе Ti-Al, а также тройным системам Ti-Al-Mg, Ti-Al-Si и Ti-Al-Mn, изученным преимущественно традиционными методами. Отмечено, что, несмотря на наличие отдельных работ по легированию TiAl магнием, кремнием и марганцем, системные исследования, посвящённые именно СВС-синтезу в этих тройных системах, в литературе практически отсутствуют. Также проанализированы успешные примеры применения СВС для получения других классов интерметаллидов (включая термоэлектрические сплавы), подтверждающие возможность формирования метастабильных фаз и управления составом продуктов. На основании изученной литературы и отсутствия фундаментальных данных о механизмах горения, фазо- и структурообразовании в системах Ti-Al-Mg, Ti-Al-Si и Ti-Al-Mn в условиях СВС — сформулирована цель и конкретные задачи диссертационной работы, направленные на установление взаимосвязи между составом шихты, режимами синтеза, микроструктурой и свойствами целевых интерметаллидных соединений.

Глава 2 представляет собой методическую часть работы, в которой описаны характеристики исходных компонентов для синтеза материалов, термодинамический метод анализа адиабатической температуры и равновесного состава продуктов химических реакций, экспериментальные методики и установки исследования характеристик процесса СВС, методы анализа свойств синтезированных продуктов. Среди методов аттестации полученных материалов стоит отметить такие современные методы как сканирующая электронная микроскопия с энергодисперсионным анализом (СЭМ с ЭДА), дифференциально-термический анализ (ДТА), методы рентгеновской дифрактометрии с обработкой результатов по методу Ритвельда, измерения удельного электросопротивления

в широком интервале температур от 80 до 1200 К, применение селективного лазерного плавления порошка, синтезированного методом СВС. Все изложенные методики позволяют детально и достоверно изучить как процесс горения реакционных составов для получения сплавов системы Ti-Al-X (X= Mg, Si, Mn), так и структуру, и свойства синтезированных продуктов.

Глава 3 посвящена изучению СВС-синтеза в тройной системе Ti-Al-Mn. Описаны особенности горения компактных образцов из порошковых смесей и проведен микроструктурный анализ продуктов синтеза. Динамика фазообразования исследована методом время-разрешающей рентгеновской дифрактометрии. Установлена возможность получения методом СВС практически однофазного (98 %) интерметаллида с фазой Лавеса $\text{Ti}(\text{Mn}_{0.75}\text{Al}_{1.25})$ при относительной плотности 0,7. Микротвёрдость синтезированного сплава составила 7.96 ± 0.80 ГПа. Для полученного соединения исследован комплекс электрофизических и магнитных свойств. Установлено, что удельное электросопротивление при комнатной температуре составляет 6,9 мОм·м, а с ростом температуры его увеличение не превышает ~5%. Проведено сравнение полученных характеристик с известными материалами-аналогами.

В *главе 4* рассматривается получение методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) интерметаллидного сплава в системе Ti-Al-Si. Установлено, что режим горения в данной системе является сложным и в высокой степени определяется условиями проведения процесса: дисперсностью порошковой шихты, начальной температурой и условиями теплоотвода. Метод СВС-прессования позволил получить плотный материал с остаточной пористостью менее 3%, обладающий высокой трещиностойкостью ($K_{Ic} = 5,1\text{--}5,7$ МПа·м^{1/2}). На основе осколочного порошка сплава $\text{Ti}_{15}\text{Al}_{0.75}\text{Si}_{2.25}$, предварительно синтезированного методом СВС, изготовлены объёмные 3D-изделия методом селективного лазерного плавления (СЛП) с сохранением исходного фазового состава. Впервые проведено исследование процессов структурообразования в системе Ti-3Al-SiO₂. Показано, что в условиях СВС в данной системе возможен синтез нового композиционного материала, матричной основой которого является твёрдый раствор на основе интерметаллической фазы $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$. Полученные результаты открывают перспективы для создания материалов с уникальным комплексом свойств.

Глава 5 посвящена получению нтерметаллидного сплава в системе Ti-Al-Mg методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Впервые в данной системе методом СВС в режиме теплового взрыва был синтезирован сплав, основу которого составляет твёрдый раствор замещения состава $\text{Ti}_2\text{Al}_{18}\text{Mg}_3$. Полученный материал представляет собой композит, где интерметаллид TiAl_3 распределён в матрице фазы $\text{Ti}_2\text{Al}_{18}\text{Mg}_3$. Процесс инициировался при температуре 835 °С, а максимальная температура горения достигала 985 °С. Показано что введение Mg в сплав Ti-Al приводит к увеличению пластической деформации материала. Микротвердость структурных компонентов сплава Ti-Al-Mg имеет следующие значения: для округлых зерен TiAl_3 – 2040 МПа, для межзеренных прослоек на основе $\text{Ti}_2\text{Al}_{18}\text{Mg}_3$ – 1140 МПа. Прочность на сжатие сплава Ti-Al-Mg составила 12.1 МПа, а предел текучести – 9.87 МПа. Установлено, что в ходе синтеза в вакууме возникает интенсивная термоэмиссия ионов Mg, создавая условия для объёмной ионизации газа в пространстве между образцом и нагревательными элементами печи, что приводит к образованию низкотемпературной плазмы. Методом оптической

эмиссионной спектроскопии зафиксировано доминирующее излучение с длиной волны 528 нм, характерное для магния. Расчётная коррелированная цветовая температура данного плазменного разряда составила 7756 К.

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы

Представленная диссертационная работа выполнена на высоком научно-техническом уровне, обоснованность и достоверность полученных результатов и выводов подтверждается большим объёмом полученных экспериментальных данных, применением современного аналитического оборудования для исследования параметров процесса синтеза, микроструктурного анализа, а также сопоставлением результатов с существующими литературными данными. Предложенные экспериментальные методики и проведенные исследования в полной мере подтверждают обоснованность выводов по данной работе.

Основные результаты диссертационной работы в достаточной степени апробированы, неоднократно докладывались и обсуждались на международных и российских конференциях. По результатам диссертационной работы опубликовано 22 печатные работы, из них 14 статей в рецензируемых изданиях, входящих в перечень ВАК и базы данных Web of Science и Scopus, получен один патент РФ.

Научная новизна полученных результатов, выводов, сформулированных в диссертации

Научная новизна результатов заключается в проведенном впервые детальном исследовании как самого процесса синтеза, так и свойств полученной методом СВС группы материалов на основе системы Ti-Al-X. Методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза впервые на основе систем Ti-Al-Si, Ti-Al-Mg, Ti-Al-Mn получены интерметаллидные сплавы $Ti_5Al_{0.75}Si_{2.25}$, $Ti_2Al_{18}Mg_3$ и сплав на основе фазы Лавеса $TiMn_{0.75}Al_{1.25}$. Исследованы физические характеристики материалов (плотность, пористость, микротвердость). Измерены электрофизические и магнитные характеристики. Изучены особенности структуры переходных зон, формирующихся при взаимодействии сплавов Ti-Al-X (где X=Mg, Si, Mn) с Ti-подложкой, в процессе метода СВС-прессования. Впервые с помощью метода селективного лазерного плавления продемонстрирована возможность получения наплавов из интерметаллидного СВС-порошка осколочной формы состава $Ti_5Al_{0.75}Si_{2.25}$ на Ti-подложку. При синтезе композиционного материала в системе Ti-3Al-SiO₂ формируются стержнеобразные гексагональные кристаллы Ti_5Si_3 на основе твердого раствора $Ti(Al,Si)_3$ выступающие в качестве упрочняющей связки.

Научная и практическая значимость

Проведённые исследования позволили существенно расширить фундаментальные представления о процессах горения при СВС-синтезе в тройных системах Ti-Al-X (X = Mg, Si, Mn). Установлены закономерности влияния природы легирующего элемента и условий проведения процесса на ключевые параметры (скорость фронта волны, температуру горения), что напрямую определяет формирующуюся микроструктуру и фазовый состав конечных интерметаллидных сплавов. Впервые на этих системах была продемонстрирована возможность синтеза и определены оптимальные параметры СВС для получения целевых соединений, включая сплав на основе фазы Лавеса $TiMn_{0.75}Al_{1.25}$ и силицида титана. Разработанная технология доведена до уровня практических решений.

Для сплава в системе Ti-Al-Si оформлен патент РФ на изобретение № 2822644 «Способ получения сплава в системе Ti-Al-Si». Показана возможность перехода от высокопористых продуктов к более плотным материалам методом СВС-прессования. Важным технологическим прорывом является первая реализация получения 3D-структур методом селективного лазерного сплавления из СВС-синтезированного порошка осколочной формы $Ti_{20}Al_3Si_9$, что открывает путь к аддитивному производству изделий из интерметаллидов. Исследования имеют выраженную прикладную направленность. Продемонстрирована возможность получения слоистых металл-интерметаллидных соединений (на основе систем Ti-Al-X на титановой подложке) методом СВС-наварки, что актуально для создания износостойких покрытий и биметаллических конструкций. Для сплава системы Ti-Al-Mn получены магнитные и электрофизические характеристики, подтверждающие перспективу его применения в современной электронной промышленности для изготовления высокотехнологичных компонентов: прецизионных резисторов, шунтов, тензодатчиков и нагревательных элементов.

Таким образом, работа вносит значительный научный вклад в развитие СВС как метода синтеза новых интерметаллидных систем. Практическая значимость исследования определяется созданием комплексной научно-технической основы для ресурсосберегающего малотоннажного производства новых материалов с уникальными свойствами. Полученные результаты закладывают фундамент для внедрения интерметаллидов на основе систем Ti-Al-Si, Ti-Al-Mg, Ti-Al-Mn в аддитивные технологии, электронику и область создания композиционных материалов с многофункциональными поверхностными слоями.

Замечания по диссертационной работе

Несмотря на высокий уровень проведенных исследований, к диссертационной работе имеется ряд замечаний:

1. На стр. 10 Введения в пункте «Соответствие содержания диссертации паспорту специальности, по которой она рекомендуется к защите» диссертант описывает соответствие **формуле** паспорта специальности «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества» и **пунктам 1, 2 и 7** паспорта специальности. Но эта формула и пункты 1, 2 и 7 есть в устаревшем паспорте специальности с шифром 01.04.17 - «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», а в новом, опубликованном в 2024 году, паспорте специальности с новым шифром 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества» (технические науки) **формулы специальности и пункта 7 нет**. В связи с этим диссертант должен был показывать соответствие своей диссертации, руководствуясь новым паспортом специальности с новым шифром 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества» (технические науки).

2. На стр. 13 Главы 1. «Литературный обзор» диссертант слишком широко трактует понятие «Интерметаллидные соединения (интерметаллиды) это химические соединения двух или более металлов, а также неметаллов (кремний, германий).», включив в него неметаллы, и относя на стр. 14 к интерметаллидным соединениям фазы внедрения (гидриды, карбиды, нитриды металлов), которые уж точно не интерметаллидные соединения.

3. На стр. 23-24 Главы 1 диссертант дает не очень удачное описание классификации разновидностей процесса СВС, которое заметно отличается от известной классификации, предложенной А.Г. Мержановым и изложенной, например, в учебном пособии А.П. Амосова, И.П. Боровинской, А.Г. Мержанова «Порошковая технология СВС материалов» 2007 года.

4. На стр. 41 Главы 2. «Методы проведения экспериментов и анализа СВС-продуктов» пишется, что для проведения СВС при нагреве в печи из исходных реагентов замешивались и прессовались реакционные образцы, но их масса, габариты и относительная плотность не указаны. На стр. 56 в начале главы 3 для системы Ti-Al-Mn указано, что эти прессованные цилиндрические образцы были массой 3 грамма, имели диаметр 12 мм и относительную плотность **0,55-0,6**. Однако из последующего текста этой главы следует, что лучший результат с формированием 98,0 мас. % однофазного сплава с содержанием фазы Лавеса $Ti(Mn_{0.755}Al_{1.246})$ достигается при относительной плотности прессования **0,7**. Не указаны масса, габариты и относительная плотность прессованных реакционных образцов в главах 4 и 5 при исследовании систем Ti-Al-Si и Ti-Al-Mg. Остается только догадываться, какими были эти образцы.

5. На стр. 49-50 в Главе 2 в пункте 2.13 описывается методика СВС-прессования, представленная на рис. 2.10 «Схема проведения экспериментов». Согласно этой схеме цилиндрическую прессованную исходную шихтовую заготовку Ti-Al-Me помещали в реакционную пресс-форму между двумя слоями химической печи из стехиометрической смеси порошков титана и бора, масса которой была в 2 раза больше массы шихтовой заготовки. Однако в главах 3 и 4 мы видим результаты СВС-прессования систем Ti-Al-Mn и Ti-Al-Si, неожиданно проведенного совсем по другой схеме «в пресс-форме шихтовая заготовка без всякой химической печи помещается на слое смеси порошков (Ti+C), лежащей на подложке титана (Ti)». Однако эта схема совсем не описана, не указаны толщины слоев смеси (Ti+C) и подложки Ti. В главе 5 в пункте 5.7 «СВС-прессование» (стр. 137) шихтовая заготовка Ti-Al-Mg тоже без всякой химической печи и слоя порошков (Ti+C) помещается на подложку титана, но на стр. 137 мы видим предложение «Методика процесса СВС-прессования описана в разделе 2.13.», то есть отсылку к схеме СВС-прессования с химической печью.

6. Возникли вопросы и по термограммам процесса синтеза образцов различного состава в режиме прямого нагрева, представленных в большом числе в диссертации, начиная с рисунка 3.2. В тексте диссертации и подрисуночных подписях нет пояснения, почему термограммы представлены двумя кривыми: черного и красного цвета, что означает каждая из них. Нет пояснения и к обозначениям температур T_1 и T_2 . Согласен, что температурам инициирования СВС-реакции соответствуют точки перегиба термограмм, но на рис. 4.2 это скорее температура $T_2 = 670\text{ }^{\circ}\text{C}$, чем температура $T_1 = 780\text{ }^{\circ}\text{C}$, которая указана в тексте. На рис. 3.13 точке перегиба соответствует температура $T_1 = 640\text{ }^{\circ}\text{C}$, но не температура $690\text{ }^{\circ}\text{C}$, указанная в тексте (по рисунку не понятно, откуда взялось это значение температуры $690\text{ }^{\circ}\text{C}$).

7. В Главе 4, пункте 4.8 рассматривается селективное лазерное плавление порошка сплава $Ti_{20}Al_3Si_9$, синтезированного методом СВС, однако не указывается, как получали порошок из пористого спека синтезированного сплава $Ti_{20}Al_3Si_9$, каков был размер частиц этого порошка.

8. В таблице 4.3 на стр. 104 приводится очень большое значение величины пластической деформации $\epsilon_{пл} = 89 \%$ при внедрении индентора HV в сплав $Ti_{20}Al_3Si_9$ при небольшом значении трещиностойкости $K_{Ic} = 5,1-5,7 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ этого сплава без объяснения причины такого большого значения $\epsilon_{пл} = 89 \%$. Ведь на стр. 101 сам диссертант написал: «Одним из основных факторов, ограничивающих более широкое применение сплавов Ti-Al-Si, является их низкая вязкость разрушения при комнатных температурах из-за отсутствия области пластической деформации на кривой деформации [152].»

9. На стр. 8 в Практической значимости работы есть пункт 3. «Показана возможность синтеза интерметаллидного сплава $Ti_{20}Al_3Si_9$ методом СВС-прессования с пористостью менее 3%», который повторяется на стр. 147 в основном выводе 5, где приводится пористость 2,7 %. Однако это не подтверждается результатами главы 4, где подробно исследуется СВС-прессование сплава $Ti_{20}Al_3Si_9$.

10. В диссертации встречаются неисправленные опечатки на страницах 8, 46, 47, 86, 124. Например, на стр. 86 одна опечатка в подрисуночной подписи 4.1 и две опечатки в тексте, во второй строке снизу.

Заключение

Однако в целом указанные замечания носят редакционный характер и не могут существенно снизить ценность и значимость диссертационной работы Лазарева П.А. Она является законченным исследованием, выполнена на высоком научном уровне, содержит большое количество новых важных экспериментальных данных, выводы по результатам работе обоснованы, автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа Лазарева П.А. является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи разработки метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза сплавов Ti-Al-Mn, Ti-Al-Si и Ti-Al-Mg с уникальными свойствами, имеющей важное значение для развития химической физики, в том числе физики горения и взрыва, по направлению применения процессов горения для получения композиционных материалов интерметаллидного типа. По объёму полученных результатов и научной значимости диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г., ред. от 01.01.2025), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Лазарев Павел Андреевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.17. Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

Официальный оппонент,
зав. кафедрой «Металловедение, порошковая металлургия,
наноматериалы» ФГБОУ ВО «Самарский государственный
технический университет», доктор физико-математических
наук (01.04.17 - Химическая физика, в том числе физика
горения и взрыва), профессор



Амосов Александр Петрович

Тел. (846) 242-28-89. E-mail: egundor@yandex.ru.

443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, главный корпус.

Я, Амосов Александр Петрович, даю согласие на обработку моих персональных данных, связанную с защитой диссертации и оформлением аттестационного дела П.А. Лазарева.

Амосов Александр Петрович

12 января 2026 г.

Подпись А.П. Амосова удостоверяю

Ученый секретарь ФГБОУ ВО «Сам

доктор технических наук»



Ю.А. Малиновская