

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Структура и механические свойства градиентных материалов на основе МАХ–фаз, полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг УДК <u>669.018:539.3/.6:621.762.5.044.3</u>

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий ЛПМОБВЭ	Кашкаров Е.Б.	к.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ТПУ	Рыжакина Т.Г.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ТПУ	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер А.М.	д.т.н.		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОСВОЕНИЯ ООП

Код компетенции	Наименование компетенции
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий.
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла.
УК(У)-3	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели.
УК(У) -4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия.
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия.
УК(У)-6	Способен определить и реализовать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки.
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-3	Способностью к активной социальной мобильности, организации научно-исследовательских и инновационных работ;
ОПК(У)-4	Способностью адаптироваться к изменению научного профиля своей профессиональной деятельности, социокультурных и социальных условий деятельности;
ОПК(У)-5	Способностью использовать свободное владение профессионально-профилированными знаниями в области компьютерных технологий для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами направленности (профиля) подготовки;
ОПК(У)-6	Способностью использовать знания современных проблем и новейших достижений физики в научно-исследовательской работе;
ОПК(У)-7	Способностью демонстрировать знания в области философских вопросов естествознания, истории и методологии физики.

Профессиональные компетенции	
ПК(У)-2	Способностью свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения научно-инновационных задач, и применять результаты научных исследований в инновационной деятельности.
ПК(У) -3	Способностью принимать участие в разработке новых методов и методических подходов в научно-инновационных исследованиях и инженерно-технологической деятельности.
ПК(У)-6	Способностью методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы учебных дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики.
ПК(У)-7	Способностью руководить научно-исследовательской деятельностью в области физики обучающихся по программам бакалавриата.
ДПК(У)-1	Способностью планировать и проводить фундаментальные исследования в проектах в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, а также модернизация современных и создание методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел и критически оценивать полученные результаты.
ДПК(У)-2	Способностью обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки (специальность) 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

 (Подпись) _____ Лидер А.М.
 (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна

Тема работы:

Структура и механические свойства градиентных материалов на основе МАХ–фаз, полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг
--

Утверждена приказом директора (дата, номер)	
---	--

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объект исследования: функциональные градиентные материалы из прекерамических бумаг на основе МАХ-фаз, полученные методом искрового плазменного спекания</p> <p>Методы исследования: рентгенофазовый анализ, сканирующая электронная микроскопия, измерение твердости методом Виккерса, механические испытания на изгиб</p>
---	---

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> – проведение аналитического обзора научно-технических источников по тематике функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2; – разработка методики получения композитов с градиентом пористости из прекерамических бумаг с различной долей порошкового наполнителя; – разработка методики получения ламинированных композитов из прекерамических бумаг на основе МАХ-фаз и металлических фольг из ниобия; – анализ микроструктуры и фазового состава полученных композитов; – анализ механических свойств полученных композитов
--	--

<p>Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	
--	--

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Рыжакина Т. Г.
Социальная ответственность	Федорчук Ю. М.
Раздел на иностранном языке	Лахотюк Л.А.

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

1 Обзор литературы
2 Экспериментальная часть
3 Результаты проведенных исследований
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение
5 Социальная ответственность
6 Раздел на иностранном языке

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий ЛПМОБВЭ	Кашкаров Е.Б.	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Мингазова Ю.Р.		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна

Школа	ИШПР	Отделение	Отделение Экспериментальной Физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
Структура и механические свойства градиентных материалов на основе МАХ–фаз, полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг	Работа с научной литературой, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив разработки проекта с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	Проведение предпроектного анализа. Определение целевого рынка и проведение его сегментирования. Выполнение SWOT–анализа проекта
2. Планирование и формирование бюджета разработки	Определение целей и ожиданий, требований проекта. Определение бюджета научного исследования
3. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности разработки	Проведение оценки экономической эффективности, ресурсоэффективности и сравнительной эффективности различных вариантов исполнения
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):	
<p align="center">1. Оценка конкурентоспособности технических решений 2. Матрица SWOT 3. График проведения и бюджет проекта 4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности разработки</p>	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	31.01.2021
---	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Рыжакина Татьяна Гавриловна	Кандидат экономических наук		31.01.2021

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна		31.01.2021

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна

Школа	ИШИТР	Отделение (НОЦ)	Отделение автоматизации и робототехники
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

«Структура и механические свойства градиентных материалов на основе МАХ–фаз, полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг»

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения

Исследование свойств функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз, полученных методом искрового плазменного спекания.
Область применения: использование в качестве различного рода катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов и т.д.
Работы проведены на базе ЛПМОБВЭ ТПУ.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Производственная безопасность

1.1. Анализ выявленных вредных факторов

- Природа воздействия
- Действие на организм человека
- Нормы воздействия и нормативные документы (для вредных факторов)
- СИЗ коллективные и индивидуальные

1.2. Анализ выявленных опасных факторов :

- Термические источники опасности
- Электробезопасность
- Пожаробезопасности

1 Вредные факторы:

- 1.1 Недостаточная освещенность;
 - 1.2 Нарушения микроклимата, оптимальные и допустимые параметры;
 - 1.3 Шум, ПДУ, СКЗ, СИЗ;
 - 1.4 Повышенный уровень электромагнитного излучения, ПДУ, СКЗ, СИЗ;
 - 1.5 УФИ, СКЗ, СИЗ;
 - 1.6. ИК излучение, СКЗ, СИЗ;
- 2 Опасные факторы:
- 2.1 Электроопасность; класс электроопасности помещения, безопасные номиналы I, U, R_{заземления}, СКЗ, СИЗ; Проведен расчет освещения рабочего места; представлен рисунок размещения светильников на потолке с размерами в

	системе СИ; 2.2 Пожароопасность, категория пожароопасности помещения, марки огнетушителей, их назначение и ограничение применения; Приведена схема эвакуации.
2. Экологическая безопасность: <ul style="list-style-type: none"> Выбросы в окружающую среду Решения по обеспечению экологической безопасности 	Наличие промышленных отходов (бумага-черновика, вторцвет- и чермет, пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника) и способы их утилизации
3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях: 1.перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения; 2.разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; 3.разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.	Рассмотрены 2 ситуации ЧС: 1) природная – сильные морозы зимой, (аварии на электро-, тепло-коммуникациях, водоканале, транспорте); 2) техногенная – несанкционированное проникновение посторонних на рабочее место (возможны проявления вандализма, диверсии, промышленного шпионажа), представлены мероприятия по обеспечению устойчивой работы производства в том и другом случае.
4. Перечень нормативно-технической документации.	– ГОСТы, СанПиНы, СНИПы

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	Начало дипломирования
--	-----------------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ТПУ	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		02.05.2022 г.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна		02.05.2022 г.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа – Инженерная школа ядерных технологий

Уровень образования Магистратура

Направление подготовки – Физика конденсированного состояния

Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики

Период выполнения _____

Форма представления работы:

Магистерская диссертация (бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)
--

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
	Аналитический обзор литературы	15
	Проведение экспериментальной части исследования	15
	Анализ результатов	20
	Социальная ответственность	15
	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
	Раздел на иностранном языке	15
	Заключение	5

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий ЛПМОБВЭ	Кашкаров Е.Б.	к.ф.-м.н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководителем отделения на правах кафедры	Лидер А.М.	д.т.н.		

Реферат

Выпускная квалификационная работа содержит 165 страниц, 43 рисунка, 40 таблиц, 72 источника и 1 приложение.

Ключевые слова: МАХ-фазы, прекерамическая бумага, искровое плазменное спекание, композиты, функциональные градиентные материалы, ламинаты.

Объектом исследования являются функциональные градиентные материалы на основе МАХ-фаз, полученные методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг.

Цель работы – установление закономерностей формирования структуры и изменения механических свойств функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 , полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг

В процессе работы проводится анализ научно-технических источников по тематике функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 .

В результате проведенного обзора источников для создания функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 выбран метод искрового плазменного спекания прекерамических бумаг. Разработано два подхода получения ФГМ на их основе. Первый подход основан на создании композитов с градиентом пористости с помощью прекерамических бумаг с различной долей порошкового наполнителя. Второй подход заключается в создании металлокерамических ламинатов с помощью прекерамической бумаги, армированной пластичными тугоплавкими металлическими слоями Nb. Полученные материалы исследованы методами рентгенофазового анализа, сканирующей электронной микроскопии, измерена твердость методом Виккерса, а также проведены механические испытания на изгиб.

Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки

БДМ – бумагоделательная машина;

ГП – горячее прессование;

ИПС – искровое плазменное спекание;

РСА – рентгеноструктурный анализ;

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

ФГМ – функционально-градиентные материалы;

СВС – самораспространяющийся высокотемпературный синтез;

ТАС – $Ti_3Al(Si)C_2$;

ТТС – $Ti_3Si(Al)C_2$.

Содержание

Реферат	10
Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки	11
Введение	15
1 Обзор литературы	17
1. 1 МАХ-фазы.....	17
1. 2 Свойства композитов на основе МАХ-фаз.....	19
1. 2. 1 Физико-механические свойства материалов на основе МАХ-фаз.....	19
1. 2. 2 Коррозионная стойкость титансодержащих МАХ-фаз.....	28
1. 3 Получение композитов на основе МАХ-фаз.....	32
1. 4 Градиентные материалы на основе МАХ-фаз.....	49
1. 4. 1 Ламинированные композиты на основе МАХ-фаз.....	49
1. 4. 2 Композиты на основе МАХ-фаз с градиентом пористости.....	57
2 Экспериментальная часть.....	59
2. 1 Исходное сырье	59
2. 2 Спекание исходного сырья.....	62
2. 3 Механическая обработка	62
2. 4 Рентгеноструктурный анализ.....	63
2. 5 Механические испытания на изгиб	64
2. 6 Измерение твердости	65
3 Результаты проведённых исследований	67
3. 1 Композиты с градиентом пористости	67
3.1.1 Рентгеноструктурный анализ.....	67
3.1.2 Сканирующая электронная микроскопия.....	68
3. 1. 3 Механические свойства.....	68
3. 2 Ламинированные композиты	69
3. 2. 1 Рентгеноструктурный анализ.....	69
3. 2. 2 Сканирующая электронная микроскопия.....	71
3. 2. 3 Механические свойства.....	72

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	75
4. 1 Предпроектный анализ	76
4. 1. 1 Потенциальные потребители результатов исследования	76
4. 1. 2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	76
4. 1. 3 SWOT–анализ	78
4. 1. 4 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	80
4. 1. 5 Методы коммерциализации результатов научно–технического исследования.....	83
4. 2 Инициация проекта	83
4. 3 Планирование управления научно–техническим проектом.....	85
4. 3. 1 Иерархическая структура работ проекта	86
4. 3. 2 План проекта.....	87
4. 4 Бюджет научного исследования	89
4. 5 Операционные затраты.....	96
5. 6. 1 Организационная структура проекта	96
4.6.2 План управления коммуникациями проекта	97
4. 6. 3 Реестр рисков проекта	97
4. 7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности	98
4. 7. 1 Оценка абсолютной эффективности исследования.....	98
4. 7. 2 Оценка сравнительной эффективности исследования	104
5 Социальная ответственность	108
5. 1 Производственная безопасность.....	108
5. 1. 1 Отклонение показателей микроклимата в помещении	108
5. 1. 2 Превышение уровней шума	110
5. 1. 3 Повышенный уровень электромагнитных излучений.....	111
5. 1. 4 Поражение электрическим током.....	112
5. 1. 5 Недостаточная освещенность рабочей зоны	113
5. 1. 6 Пожарная опасность	117

5. 2 Экологическая безопасность.....	119
5. 3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	121
5. 4 Перечень нормативно-технической документации.....	122
Заключение	123
Список публикаций студента.....	125
Список использованных источников	127
Приложение А	135
1 MAX-phases.....	136
2 Properties of composites based on MAX-phases.....	138
2.1 Physical and mechanical properties of materials based on MAX-phases	138
2.2 Corrosion resistance of titanium-containing MAX phases.....	146
3 Obtaining composites based on MAX phases.....	149
List of references	162

Введение

МАХ-фазы представляют собой семейство тройных слоистых соединений, соответствующих условной формуле: $M_{n+1}AX_n$ ($n=1,2,3\dots$), где М – переходный металл; А – металл IIIA-IVA-группы; X – углерод, азот или бор. Данные соединения обладают уникальным сочетанием свойств, характерных как для металлов, так и для керамики: низкая плотность, высокая тепло- и электропроводность; высокая прочность; коррозионная стойкость в агрессивных средах; хорошая механическая обрабатываемость; высокая температура плавления и химическая стабильность при температурах выше 1000°C [1]. Наиболее изучены МАХ-фазы систем Ti-Si-C и Ti-Al-C, свойства которых позволяют рассматривать их в качестве перспективных материалов для аэрокосмической, транспортной и энергетической отраслей. Так, например, МАХ-фаза Ti_3SiC_2 демонстрирует высокую радиационную стойкость [2], в то время как МАХ-фазы на основе Al (Ti_3AlC_2 , Ti_2AlC и др.) демонстрируют повышенную коррозионную стойкость в воздушной или паровой средах при высоких температурах [3].

Для повышения физико-механических свойств и функционализации материалов на основе МАХ-фаз могут создаваться функционально-градиентные материалы (ФГМ) на их основе [5]. ФГМ являются multifunctionalными материалами, в которых путем варьирования состава и/или микроструктуры достигаются необходимые свойства. Для получения ФГМ применяются различные методы, такие как порошковая металлургия, методы центробежного/ленточного литья, ламинирование, искровое плазменное спекание и т.д.

В данной работе представлено два новых подхода для формирования ФГМ на основе МАХ-фаз Ti_3AlC_2 и Ti_3SiC_2 . Первый подход основан на создании функциональных материалов с градиентом пористости методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг с различной долей порошкового наполнителя. ФГМ с градиентом пористости могут быть

изготовлены для широкого спектра применений в качестве различного рода катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов и т.д. Второй подход заключается в создании металлокерамических ламинированных композитов, в которых повышение механических характеристик достигается с помощью армирования пластичными тугоплавкими металлическими слоями [5]. Для получения таких композитов был предложен подход, основанный на применении прекерамических бумаг с порошковым наполнителем $Ti_3Al(Si)C_2$ и металлических фольг из пластичного тугоплавкого металла (Nb). Применение прекерамических бумаг позволяет регулировать состав каждого слоя, легко задавать форму листов и обеспечивать равномерную укладку слоев материала [6]. На сегодняшний день в литературе наблюдается лишь несколько работ по получению ФГМ на основе МАХ-фаз. Поэтому целью данной работы является установление закономерностей формирования структуры и изменения механических свойств функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 , полученных методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг

Задачи:

- проведение аналитического обзора научно-технических источников по тематике функциональных градиентных материалов на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 ;
- разработка методики получения композитов с градиентом пористости из прекерамических бумаг с различной долей порошкового наполнителя;
- разработка методики получения ламинированных композитов из прекерамических бумаг на основе МАХ-фаз и металлических фольг из ниобия;
- анализ микроструктуры и фазового состава полученных композитов;
- анализ механических свойств полученных композитов.

Классификация МАХ-фаз основана главным образом на значении числа n , которое характеризует слоевой характер данных соединений. Так при $n=1$ стехиометрическая формула имеет вид – M_2AX_1 («211»), при $n=2$ – M_3AX_2 («312»), при $n=3$ – M_4AX_3 («413»), кристаллические структуры которых представлены на рисунке 2 [8].

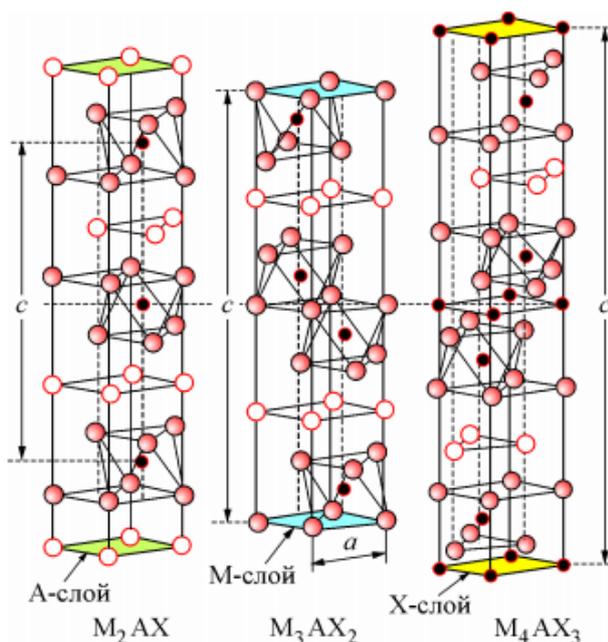


Рисунок 2 – Кристаллическая структура МАХ-фаз [8]

В каждом из случаев «211», «312» и «413» плотноупакованные слои М чередуются со слоями чистого элемента группы А, а октаэдрические узлы между ними заполняет атомы элемента Х. Элементы группы А расположены в центре тригональных призм, которые больше октаэдрического узла и поэтому лучше подходят для размещения крупных атомов. Основным различием в структурах, представленных на рисунке 2, является количество слоев М, разделяющих слои А: в системе «211» их два, «312» – три, «413» – четыре. Этот факт играет ключевое значение и влияет на механические свойства МАХ-фаз [9]. Согласно работе [10] МАХ-фазы Ti_3AlC_2 , Ti_3SiC_2 являются одними из наиболее перспективных с точки зрения их свойств, на основании чего они были выбраны в качестве объектов исследования в рамках данной работы.

1. 2 Свойства композитов на основе МАХ-фаз

МАХ-фазы обладают свойствами, присущими как для металлов, так и для керамики, что было выявлено относительно недавно на базе исследований, проведенных группой ученых Дрексельского Университета (США) под руководством М. Barsoum. Ученые обнаружили, что МАХ-фазы являются природными нанолaminaми, которые в свою очередь являются уникальным классом материалов, сочетающих в себе качества слоистых систем и нанообъектов, и обладают высокими электро- и теплопроводностью (например, теплопроводность для МАХ-фазы Ti_3SiC_2 выше, чем для чистого Ti), износостойкостью, высокой жесткостью в сочетании с низкой плотностью и стойкостью к повреждениям. Более того, эти свойства МАХ-фаз могут сохраняться и при высоких температурах, они также проявляют высокую стойкость к окислению и тепловому удару.

Рассмотрим более подробно физико-механические и химические свойства композитов на основе МАХ-фаз.

1. 2. 1 Физико-механические свойства материалов на основе МАХ-фаз

Физические свойства некоторых МАХ-фаз при комнатной температуре определены в работе [11], на основании этого в таблице 1 представлены значения модуля упругости, модуля сдвига, коэффициента Пуассона и плотности данных МАХ-фаз. Как показано в таблице 1, в большинстве своем МАХ-фазы обладают упругой жесткостью. В сочетании с тем, что плотность некоторых МАХ-фаз относительно низкая, $\approx 4-5$ г/см³, значения их удельной жесткости могут быть высокими. Например, удельная жесткость Ti_3SiC_2 сравнима с жесткостью Si_3N_4 и примерно в три раза превышает жесткость Ti . Коэффициент Пуассона для всех МАХ-фаз колеблется около 0,2, что ниже, чем 0,3 для Ti и ближе к 0,19 для почти стехиометрического TiC .

Таблица 1 – Плотность, модуль сдвига G , модуль Юнга E и коэффициент Пуассона ν МАХ-фаз [11]

МАХ-фазы	Плотность, г/см ³	G , МПа	E , МПа	ν	Ссылка
Ti ₂ AlC	4,1	118	277	0,19	[12]
Ti ₂ AlC _{0,5} N _{0,5}	4,2	123	290	0,18	[13]
Cr ₂ AlC	5,24	102	245	0,20	[14]
Nb ₂ AlC	5,1	117	286	0,21	[14]
Ta ₂ AlC	6,34	121	292		[15]
Ti ₃ SiC ₂	11,46	139	343–339	0,20	[16]
Ti ₃ GeC ₂	4,52	142	340–347	0,19	[16]
Ti ₃ (Si,Ge)C ₂	4,35	136,8	322	0,18	[16]
Ti ₃ AlC ₂	4,2	124	297	0,20	[17]
Ti ₃ AlCN	4,5	137	330	0,21	[17]

Физико-механические свойства Ti₃SiC₂ в общем случае также представлены в таблице 2 [18]. Энергия связи атомов А-слоя (– Si – Si) значительно ниже, чем для атомов титана и углерода, что обеспечивает более высокую диффузионную подвижность атомов Si. Значения прочности на изгиб достигает 600 МПа. Коэффициент термического расширения близки к чистому титану.

Таблица 2 – Физико-механические свойства Ti₃SiC₂ [18]

Характеристика	Значение
Кристаллическая решетка – гексагональная плотноупакованная:	
– ось a , нм	0,30665
– ось c , нм	1,7671
Энергия связи между атомами, эВ:	
– Ti – Ti	454
– C – C	281
– Si – Si	98,5
Плотность, г/см ³	4,52
Теплоемкость при 20 °С, мДж/мол·К ²	6,5
Термический коэффициент линейного расширения, 10 ⁶ К ⁻¹	9,1

Продолжение таблицы 2

Электросопротивление, $\mu\text{Ом}$	0,227
Модуль нормальной упругости, ГПа	333
Модуль сдвига, ГПа	140
Модуль объемной упругости, ГПа	185
Коэффициент Пуассона	0,2
Предел прочности при изгибе, МПа	600
Предел прочности на сжатие, МПа	1100

В целом МАХ-фазы, содержащие In, Pb и Sn менее жесткие, чем МАХ-фазы, содержащие более легкие А-элементы. Например, модуль Юнга (E) 178, 216 и 237 ГПа для Zr_2SnC , Nb_2SnC и Hf_2SnC соответственно ниже, чем у любого из Al-содержащих тройных компонентов или у Ti_3SiC_2 [11].

Radovic и соавторы [12] рассмотрели модуль Юнга и модуль сдвига нескольких МАХ-фаз в диапазоне температур 300 – 1573 К. Значения модулей определялись при очень малых деформациях с помощью резонансной ультразвуковой спектроскопии. Эти исследования показали, что некоторые МАХ-фазы, содержащие Al, и Ti_3SiC_2 обладают еще одним полезным свойством: их упругие свойства практически не зависят от температуры. Так, например, модули сдвига и Юнга для Ti_3AlC_2 составляют $\approx 88\%$ от их значений при комнатной температуре.

Вероятно, наиболее важным аспектом МАХ-фаз является их нелинейное, гистерезисное, упругое поведение, необычное для упруго-жестких материалов. Циклическая нагрузка при сжатии [19] или растяжении [20] МАХ-фаз приводит к самопроизвольно-обратимым гистерезисным петлям, форма и размер которых сильно зависят от размера зерна (рисунок 3). На рисунке 3а представлены типичные кривые напряжения-деформации при сжатии для Ti_3SiC_2 с двумя разными размерами зерна. Образцы Ti_3SiC_2 , демонстрируют резкое различие в отклике между крупнозернистыми (синие петли) и мелкозернистыми (черные и красные петли) образцами. Красная петля, полученная для мелкозернистого образца при 250 МПа, значительно жестче

(выше модуль Юнга) и меньше по площади, чем для крупнозернистого образца. Зеленые стрелки обозначают направление нагрузки-разгрузки.

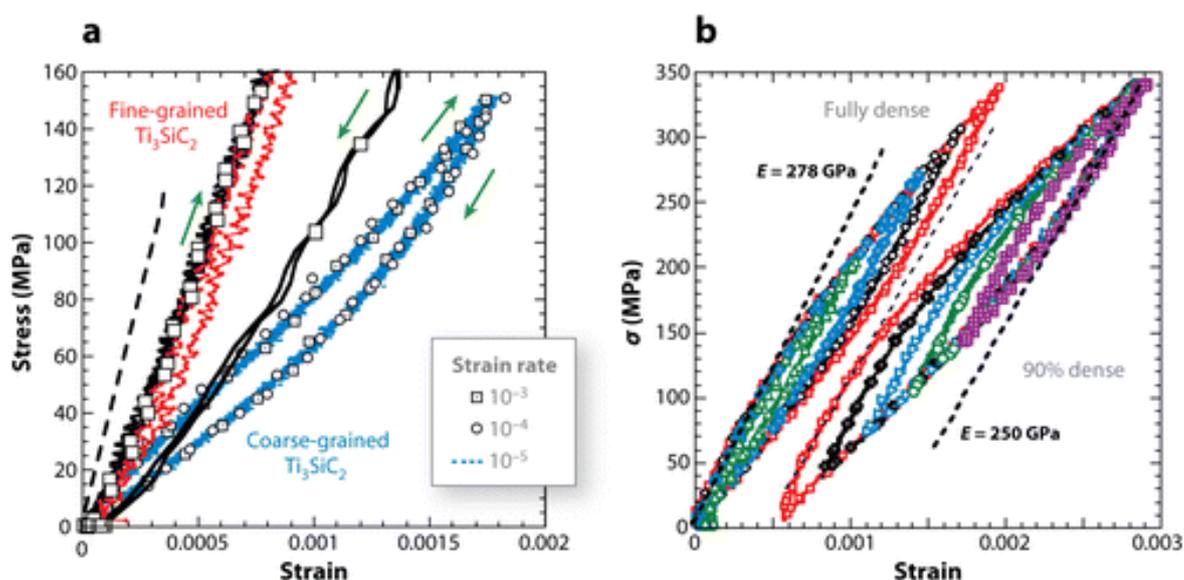


Рисунок 3 – Типичные петли циклического сжатия: а) образцы Ti_3SiC_2 , демонстрирующие резкое различие в отклике между крупнозернистыми образцами (синие петли) и мелкозернистыми образцами (черные и красные петли); б) Ti_2AlC – с сопоставимыми размерами зерен, но немного отличающимися плотностями [11]

На рисунке 3б представлены типичные циклические кривые напряжения-деформации при сжатии для плотного Ti_2AlC и Ti_2AlC с плотностью 90%. Твердое тело с 10% пористостью рассеивает больше энергии на единицу объема в абсолютном масштабе за цикл, чем его полностью плотный аналог. Данный результат является доказательством того, что такое поведение основано на формировании, росте и аннигиляции зарождающихся полос перегиба на дислокациях во время циклического нагружения, что объясняет наблюдаемое нелинейное упругое поведение по той самой причине, что она устраняет все механизмы, такие как обратимые скопления дислокаций, масштаб которых напрямую зависит от объема, тестируемого материал [11].

Также, МАХ-фазы обладают хорошей устойчивостью к повреждениям. На рисунке 4 представлены значения прочности на изгиб в зависимости от логарифма нагрузки при вдавливании для мелкозернистого (3-5 мкм) и крупнозернистого (100-300 мкм) Ti_3SiC_2 и Ti_3AlC_2 с размером зерна порядка 25 мкм. Было показано, что прочность на изгиб после индентирования значительно меньше зависит от нагрузки индентирования, чем в случае типичной хрупкой керамики.

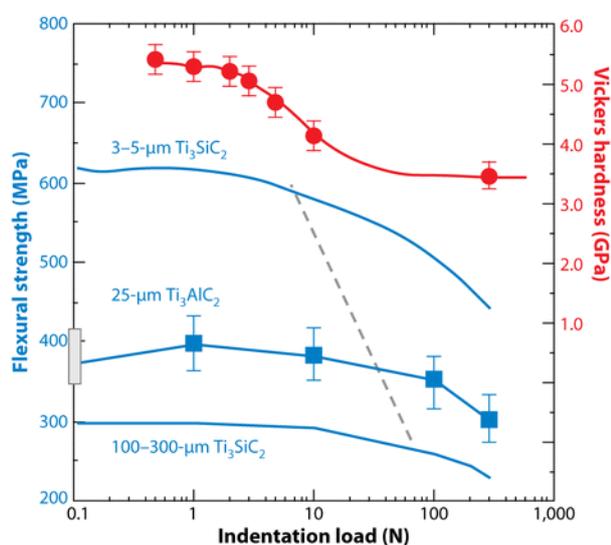


Рисунок 4 – Твердость по Виккерсу в зависимости от логарифма нагрузки при вдавливании (красная кривая); прочность на изгиб в зависимости от логарифма нагрузок при индентировании для мелкозернистого и крупнозернистого Ti_3SiC_2 и Ti_3AlC_2 [11]

Обычно углубления от пирамидки Виккерса в хрупких твердых телах приводят к трещинам, отходящим от углов отпечатка. Такие трещины, в свою очередь, приводят к резкому снижению прочности. В работе [21] впервые сообщается, что вызвать образование трещин из углов отпечатка при индентировании в большинстве МАХ-фаз сложно. Вместо образования трещин в области углублений наблюдаются расслоения, перегибы отдельных зерен, выдавливание и вытягивание зерен. То есть можно сказать, что основной причиной такой стойкости к повреждениям является способность МАХ-фаз

сдерживать и ограничивать степень повреждения небольшой областью вокруг углублений за счет пластической деформации.

Другим проявлением высокой устойчивости МАХ-фаз к повреждениям является высокий модуль Вейбулла, который используется для описания изменения прочности (устойчивости) хрупких материалов. Вао и др. [22] обнаружили, что модуль Вейбулла для Ti_3SiC_2 равен 29, что является высоким показателем для монолитной поликристаллической керамики с зернами одинакового размера. На рисунке 5 представлен спеченный без давления блок Ti_2AlC , по которому неоднократно ударяли большим стальным молотком. Единственным эффектом такого удара было образование поверхностных вмятин, мало чем отличающихся от вмятин, которые можно было бы наблюдать на металлическом блоке. Такая высокая устойчивость к повреждениям означает, что МАХ-фазы более устойчивы к дефектам обработки и эксплуатации, которые обычно ухудшают механические свойства хрупких твердых тел.



Рисунок 5 – Изображение поверхности блока Ti_2AlC после многократного удара стальным молотком [22]

Механические свойства материалов на основе МАХ-фаз системы $Ti-Al-C$ рассмотрены в [7]. При изучении материалов, содержащих включения

карбида титана выявлено, что нанотвердость и модуль Юнга при нагрузке 242 мН равны $2,0 \pm 0,4$ ГПа и 137 ± 21 ГПа соответственно. С увеличением массового содержания доли карбида титана в составе материала приводит к росту нанотвердости и модуля Юнга. Материалы с большим (70%) содержанием МАХ-фазы Ti_3AlC_2 обладают высокой (>12 МПа·м^{1/2}) трещиностойкостью.

Материал состава (3Ti-Al)+15%SiC, спеченный при $T=1400$ °С, состоит из двух фаз – Ti_2AlC и $Ti_5Si_3C_x$ [23]. Методом РЭМ исследована микроструктура материала, определены значения прочности при изгибе и его жаростойкость при времени выдержки 5 ч ($T = 1200$ °С). Полученные данные представлены в таблице 3. Авторами установлено, что увеличение содержания МАХ-фаз в композитном материале позволяет повысить значения прочности при трехточечном изгибе. Образцы, содержащие максимальное количество Ti_2AlC и $Ti_5Si_3C_x$ разрушаются при более высоких нагрузках и обладают более высокими значениями жаростойкости. Композиты представляют собой пористые материалы и при увеличении температуры спекания количество пор уменьшается. Для образцов с исходным содержанием карбида кремния 5 и 10 % в микроструктуре отмечены зоны основной Ti_3Al -фазы, в которой равномерно распределены двухфазные «островки» – Ti_2AlC и $Ti_5Si_3C_x$ (рисунок 6). Объемное содержание двухфазных областей увеличивается с ростом температуры спекания и содержанием SiC.

Таблица 3 – Прочность и жаростойкость композиционных материалов [23]

Образец	Температура спекания, °С	Прочность, МПа	Жаростойкость, привес массы, %
(3Ti-Al)+15%SiC	1400	151	13,6
	1300	87	24,1
(3Ti-Al)+10%SiC	1400	94	16,2
	1300	65	32,6
(3Ti-Al) + 5%SiC	1400	79	25,5
	1300	49	24,5

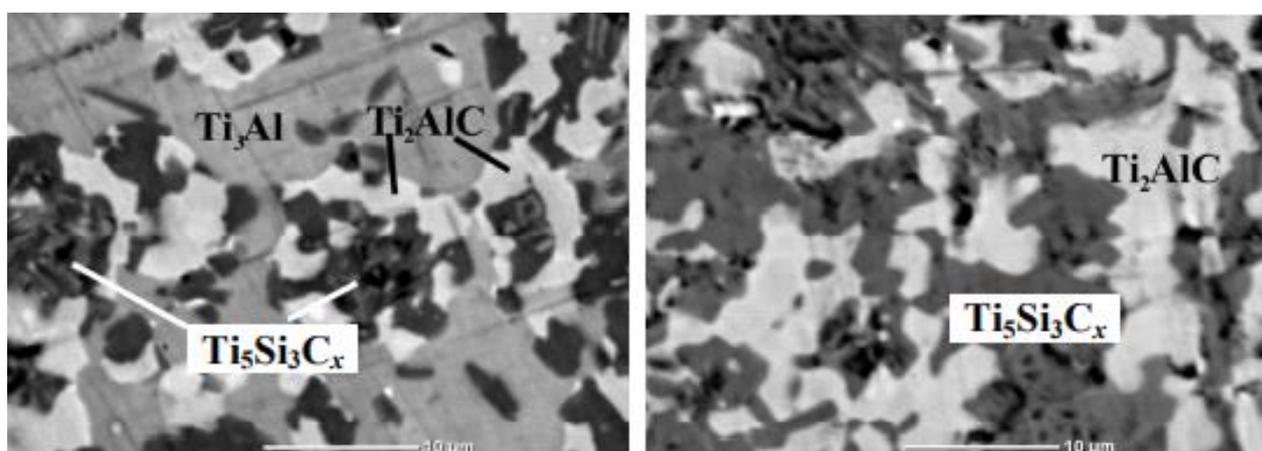


Рисунок 6 – Результаты сканирующей электронной микроскопии образцов: а – $(3\text{Ti}-\text{Al}) + 10\%\text{SiC}$; б – $(3\text{Ti}-\text{Al}) + 15\%\text{SiC}$ [23]

Процесс деформации композитных материалов на основе МАХ-фаз ключевым образом зависит от значений пористости и фазового состава синтезированных образцов, в частности от наличия фазы карбида титана TiC [24, 25]. Данные характеристики оказывают воздействие на процесс протекания микрорасслоений и способствуют регулированию прочностных свойств материала. Так в работе [26] с помощью процесса науглероживания и получения слоя TiC_x , удалось увеличить значение поверхностной твердости до диапазона 20-25 ГПа.

Также одним из немаловажных факторов физико-механических свойств композитных материалов на основе титансодержащих МАХ-фаз являются структурные и фазовые изменения, происходящие при различных видах обработки, упрочнении и разрушении в интервале температур 20 – 1300°C [27]. В результате механического испытания на одноосное сжатие Ti_3SiC_2 установлено, что при нагрузке в заданном интервале материал проходит через две критические температуры, которые характеризуются величиной остаточной деформации (рисунок 7). По достижении первой критической температуры $T_1 \approx 1050^\circ\text{C}$ происходит переход от хрупкого разрушения к инструментально измеряемой остаточной деформации, которая при повышении температуры до 1150°C находится на уровне значений $\varepsilon = 5 - 7\%$. По достижении второй

критической температуры $T_2 \approx 1200^\circ\text{C}$ материал претерпевает динамическое разупрочнение, в результате чего его остаточная деформация может достигать значений $\varepsilon = 50 - 70\%$. Соответственно, материал при повышении температуры нагружения проходит через три состояния: хрупкое ($T < 1050^\circ\text{C}$), хрупкопластичное ($T = 1050 - 1150^\circ\text{C}$) и пластичное ($T \gg 1150^\circ\text{C}$). Так же авторами было показано, что в процессе непрерывного нагружения в интервале температур $20 - 1300^\circ\text{C}$ в материале одновременно действуют два типа механизмов релаксации внутренних напряжений: первый – зернограничный – образование и распространение межзеренных микротрещин (в меньшей степени – внутризеренных); второй – внутризеренный – термоактивируемые механизмы (дислокационные и диффузионные), действующие внутри зерен.

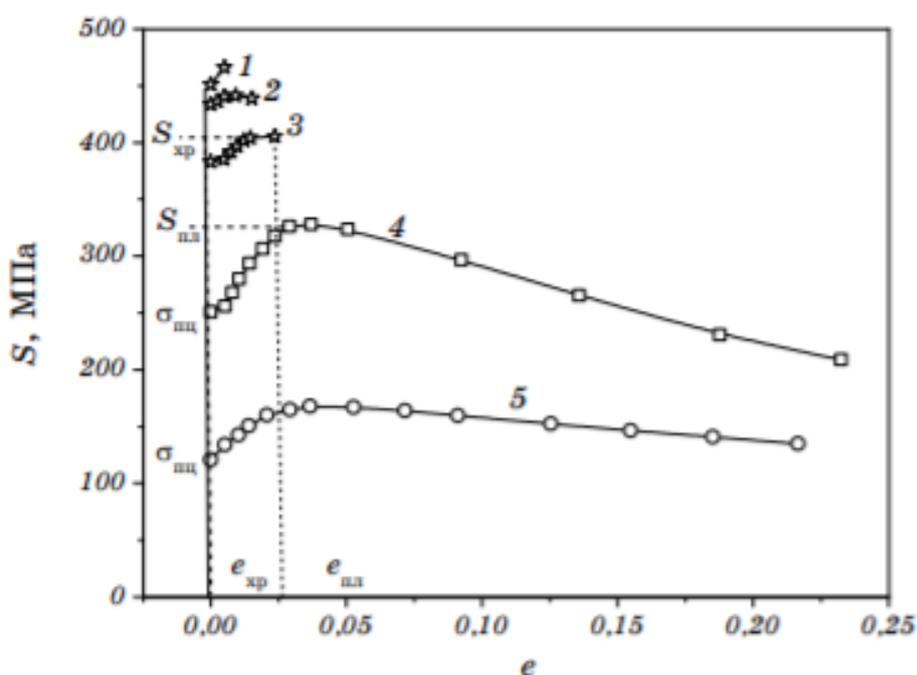


Рисунок 7 – Диаграмма деформации спеченного Ti_3SiC_2 при одноосном сжатии, ограниченная областью равномерной деформации, при разных температурах ($^\circ\text{C}$): 1 – 1050, 2 – 1100, 3 – 1150, 4 – 1200, 5 – 1300 [27]

На основании рассмотренных физико-механических свойств материалов на основе титансодержащих МАХ-фаз, можно отметить уникальное сочетание физико-механических свойств, таких как низкая плотность, высокая прочность,

термическая и структурная стабильность, а также тепло- и электропроводность, что делает их привлекательными для многих применений, таких как вращающиеся электрические контакты и подшипники, нагревательные элементы, сопла и теплообменники. Многие из этих приложений в настоящее время проходят полевые испытания и находятся на различных стадиях разработки.

1. 2. 2 Коррозионная стойкость титансодержащих МАХ-фаз

При рассмотрении композитов на основе МАХ-фаз в качестве материалов, использование которых предусматривает работу в агрессивных средах и высоких температурах, стоит обратить особое внимание на коррозионную стойкость, которая прямым образом зависит от способности вещества сопротивляться процессу окисления.

Привлекательность МАХ-фазы на основе Ti_2AlC для применения в области высоких температур возникает главным образом из-за его превосходной стойкости к окислению. Работа [28], посвященная рассмотрению процесса окисления Ti_2AlC , демонстрирует, что данное соединение подчиняется кубическому закону окисления в диапазоне температур от 1000 до 1300 °С и характеризуется ростом оксидной пленки в зависимости от пропускной способности кислорода границами зерен.

В работе [29] рассматривается влияние микроструктуры данной МАХ-фазы на стойкость к процессу окисления. Для проведения исследований в рамках данной работы синтезировались образцы на основе мелкозернистого композитного соединения методом искрового плазменного спекания и крупнозернистого методом горячего изостатического прессования, режимы спекания представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Режимы спекания образцов на основе МАХ-фаз Ti_3AlC_2 в работе [29]

Метод	$t_{\text{спек}},$ °C	время спекания, ч	давление, МПа	время уплотнения, мин
ИПС	1450	2	30-75	2-20
ГИП	1450	2	50	60

На основе результатов, представленных в работе, можно сделать вывод, что окисление в интервале температур 900-1000 °C на мелкозернистых образцах приводит к образованию пассивирующей пленки оксида алюминия, тогда как окисление крупнозернистых образцов приводит к образованию смешанного слоя ($TiO_2+Al_2O_3$), который менее стойкий к окислению. Такая особенность является результатом высокой плотности границ зерен в мелкозернистом материале, что приводит к большому количеству путей для протекания процесса диффузии для ионов Al^{3+} .

В рамках исследования [30] был рассмотрен процесс окисления материала на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 , синтезированной при давлении 200 МПа, температуре 1350°C в течение 3 часов. Порошки Ti/Si/C смешивались в молярном соотношении 3:1.2:2. После чего был проведен анализ окислительного поведения пористого карбосилицида титана (с пористостью 54,3%) на воздухе при температурах 400 – 1000 °C в течение 100 часов. После каждого цикла окисления производилось измерение прироста массы и размеров пор.

На рисунке 8 представлена зависимость прироста массы от времени, на основании которой можно заметить, что кривые привеса не подчиняются единому закону и каждую из изотерм можно разделить на две стадии: ранняя стадия с быстрой скоростью окисления и поздняя стадия с медленной скоростью. Так прирост массы изначально варьировался от 2,4% до 47,7% в зависимости от повышения температуры окисления, но при времени более 30 часов и в рамках диапазона температур 400 – 900 °C увеличение массы

составило менее чем 10%. Образец, окисленный при 1000 °С, имеет прирост массы 53% всего за 10 часов, после чего коррозионный привес не изменяется ввиду полного окисления Ti_3SiC_2 . Также следует отметить, что окисление образца при 600 °С имело тенденцию к ускорению на поздней стадии окисления и прирост массы составил 18,6%, что на 0,3% больше, чем для образца, окисленного при 700 °С. Такое anomальное окисление связано с возникновением трещин, что продемонстрировано результатами СЭМ.

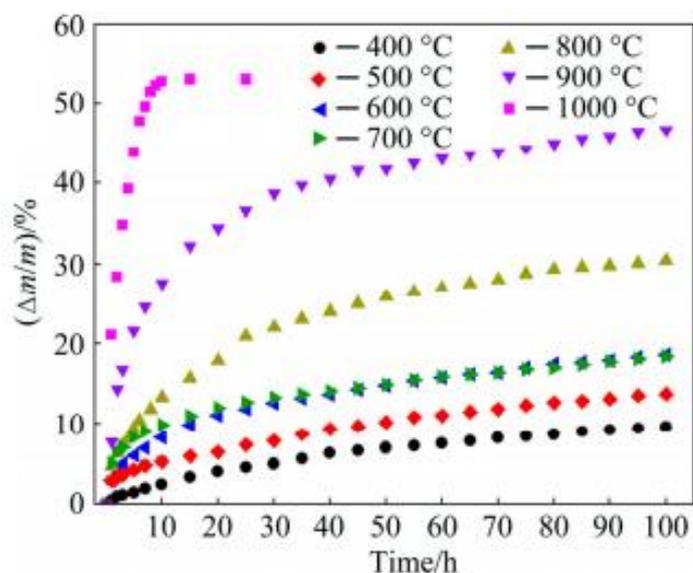


Рисунок 8 – График зависимости прироста массы от времени [30]

На рисунке 9 продемонстрирована морфология окисленных образцов. При температуре 400 °С и времени окисления 50 ч (рисунок 9а) на образце наблюдаются трещины практически на каждом зерне. При температуре 600 °С и времени окисления 10 ч наблюдаются трещины, выравнивающиеся по слоям, как показано на рисунке 9б. После выдержки в течение 50 ч часть зерен полностью разделилась на несколько частей (рисунок 9в), что значительно разрушило исходные пористые структуры. Для образцов, окисленных при температурах выше 600°С, морфология значительно отличается, что продемонстрировано на рисунках 9 г-е. Хотя в зернах и наблюдаются трещины, исходный пористый каркас Ti_3SiC_2 в основном сохранял свою целостность.

Также можно заметить, что при температурах 800 и 1000°C поверхности образцов приобретают шероховатый вид, что достаточно заметно на рисунке 9д. С помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии было выявлено, что это следы оксида титана TiO_2 .

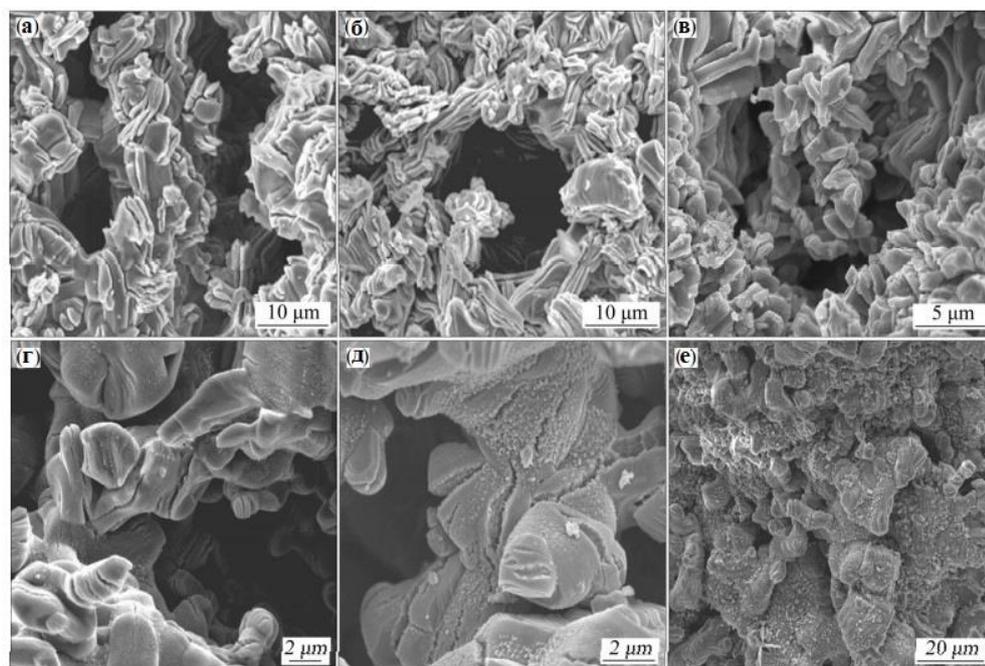


Рисунок 9 – Результаты СЭМ: а – 400 °С, 50ч; б – 600 °С, 10ч; в – 600 °С, 50ч; г – 700 °С, 10ч; д – 800 °С, 10ч; е – 1000 °С, 10ч [30]

На основании рассмотрения результатов исследования можно сделать вывод, что кинетика окисления образцов пористого Ti_3SiC_2 при различных температурах изначально имеет параболический характер, что указывает на высокую скорость окисления в начальный период. С созданием защитного оксидного слоя кинетика становится линейной, а поскольку толщина внешнего оксидного слоя увеличивается со временем окисления, темпы ее роста замедляются.

При сравнении кинетики окисления Ti_3AlC_2 и Ti_3SiC_2 при одинаковых температурах было установлено, что параболические константы при окислении Ti_3SiC_2 на 2-4 порядка выше, чем при окислении Ti_3AlC_2 [21], что объясняется формированием непрерывной пленки Al_2O_3 .

1.3 Получение композитов на основе МАХ-фаз

При рассмотрении свойств синтезированных металлокерамических материалов на основе МАХ-фаз установлено, что режимы спекания, а именно температура, давление, скорость нагрева, исходное сырье, играют ключевую роль в структурно-фазовых превращениях.

Процесс синтеза МАХ-фаз Ti_2AlC , Ti Ti_3SiC_2 , Ti_3AlC_2 , Ti_3SiC_2 и др. достаточно разнообразен и включает в себя методы горячего прессования (ГП), реакционного спекания, самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), искрового плазменного спекания (ИПС) и многие другие.

Горячее прессование (ГП) является наиболее часто используемым методом получения МАХ-материалов, основанном на сжатии смеси мелкодисперсных порошков (2-10 мкм) в специальной пресс-форме под действием высоких температур. Использование данного метода довольно легко позволяет получать образцы больших размеров и с относительно высокой плотностью [31].

Научной группой [32] исследован синтез карбосилицида титана (Ti_3SiC_2) из нестехиометрических смесей элементарных порошков Ti , Si и активированного угля в соотношении 3:1.2:2 методом горячего прессования. Рассмотрено влияние температуры и времени на синтез чистотой фазы Ti_3SiC_2 и оценены её механические свойства. Процесс горячего прессования производился при давлении 25 МПа в потоке аргона, скорость нагрева и охлаждения составляла 10 и 15 °С/мин соответственно. Максимальная температура и время выдержки для образования Ti_3SiC_2 варьировались от 1500 до 1700 °С и от 1 до 2 ч.

На рисунке 10 показана рентгенограмма продуктов, полученных спеканием смешанных порошков Ti , Si и активированного угля в атмосфере аргона. При 1500 °С в течение 1 ч основными присутствующими фазами были Ti_3SiC_2 и TiC . При повышении температуры до 1600 °С содержание Ti_3SiC_2

увеличилось, однако для снижения доли вторичной фазы TiC и получения чистой МАХ-фазы (>99%) время выдержки необходимо увеличить до 2 ч.

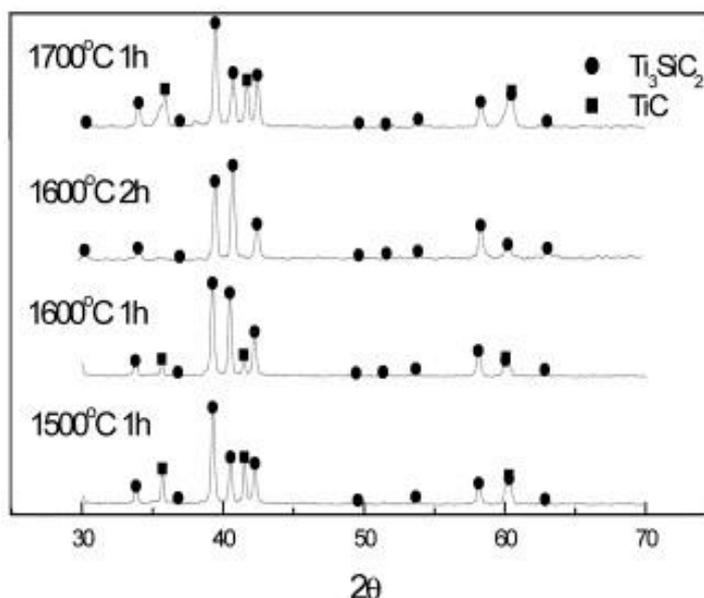


Рисунок 10 – Рентгенограмма продуктов синтеза, образующихся при различных температурах и времени спекания [32]

В таблице 5 представлены механические характеристики Ti_3SiC_2 высокой чистоты ($T=1600\text{ }^\circ\text{C}$, $t=2\text{ч.}$). Данный образец достиг 99,8% от теоретической плотности. Прочность на изгиб составила 376 МПа, что выше значений, представленных в работах Barsoum и El-Raghy [33], Li и др [34]. Работа деформации составила 1350 Дж/м². Модуль Юнга составил 303 ГПа, что соответствует значениям, полученным в работах [33] и [34].

Таблица 5 – Механические свойства Ti_3SiC_2 высокой чистоты ($T=1600\text{ }^\circ\text{C}$, $t=2\text{ч.}$) [32]

Свойства	Значения	
Плотность, г/см ³	4,52	4,46
Твердость по Виккерсу, ГПа	4,32±0,16	5,77±0,2
Модуль Юнга, ГПа	303±7	293±7
Прочность на изгиб, МПа	370±8	360±10
Работа разрушения, Дж/м ²	1350±30	–
Ссылки на работу	[6]	[23]

Таким образом данное исследование показало, что поликристаллы Ti_3SiC_2 высокой чистоты могут быть получены методом горячего прессования при температуре 1600 °С в течение 2 часов, а активированный уголь может служить эффективным прекурсором для улучшения механических характеристик.

При реакционном спекании, которое также является одним из наиболее используемых методом получения композитов на основе МАХ-фаз, снижение пористости образцов происходит главным образом за счет заполнения пор конденсированными продуктами химических реакций, которые преимущественно находятся в газообразном состоянии, относительная плотность изделий варьируется в пределах до 95%.

Получение монолитного Ti_3SiC_2 методом реакционного спекания исследовано в работе [35]. В качестве исходного сырья использовались порошки Ti, Si и TiC, которые смешивались в молярном соотношении 1:1:2 и измельчались в шаровой мельнице в течение 24 часов с последующей сушкой в вакууме при температуре 80 °С. Далее полученный материал помещали в вакуумную печь со слоем порошковой смеси 3Ti/SiC/C и без него. Данный слой порошка использовался для контроля парциального давления кремния. Для исследования печь откачивали до 10^{-2} Па и заполняли аргоном до давления 1 атм, затем температуру повышали до 1380 – 1500 °С со скоростью нагрева 12 °С/мин.

Рентгенограмма образца, спеченного при температуре 1415 °С в течение 30 минут без дополнительного порошкового слоя представлена на рисунке 11. Данные результаты свидетельствуют о наличии вторичной фазы TiC_x , которая появляется за счет испарения Si из приповерхностной области.

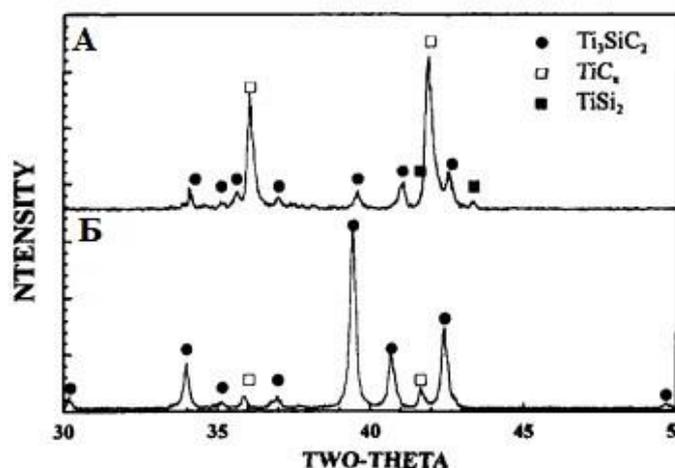


Рисунок 11 – Рентгенограмма образца, спеченного без дополнительного слоя при 1415 °С в течение 30 мин.: А) поверхность; Б) центральная часть образца [35]

На рисунке 12 показаны две типичные морфологии синтезированного образца, которые представляют из себя более крупные пластинчатые (зерно А) и более мелкие сферические зерна (В). Проведенный энергодисперсионный анализ показал, что эти зерна имеют примерно одинаковый состав, хотя соотношение содержания Ti/Si в более крупных зернах несколько выше, чем в мелких. Более крупные пластинчатые зерна соединяются более непрерывно без четких границ, что свидетельствует о росте жидкой фазы. Также в зернах наблюдается много пустот.

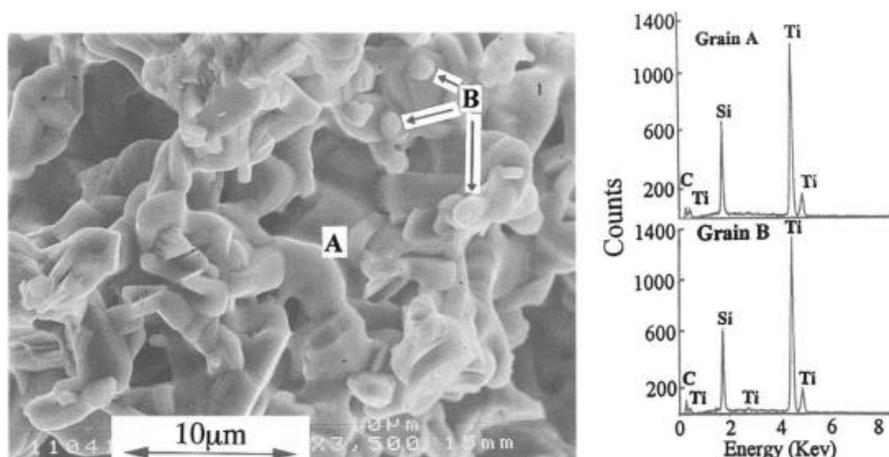


Рисунок 12 – Две типичные морфологии синтезированного продукта и соответствующие результаты энергодисперсионного анализа [35]

На основании представленных результатов данной работы можно сделать вывод, что реакционное спекание монолитной керамики Ti_3SiC_2 сопровождается процессом испарения кремния Si, что является причиной образования вторичных фаз. Также стоит отметить, что эвтектическая жидкость в системе Ti – Si и испарение кремния Si контролируется главным образом образованием фазы карбосилицида Ti_3SiC_2 .

Метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза является методом прямого получения образцов в одну технологическую стадию и с заданными составом, структурой и в конечном счете с заданными эксплуатационными свойствами материалов на основе порошков тугоплавких неорганических соединений [36]. Различают четыре метода СВС, которые включают в себя СВС без приложения внешних нагрузок на воздухе, свободное СВС-сжатие, СВС-прессование, СВС-экструзия.

В работе [37] рассматривается процесс получения плотных материалов на основе Ti_3AlC_2 методами СВС-экструзии и СВС-сжатия. Исходным сырьем в данной работе являлись порошки титана, алюминия и технического углерода, которые смешивались в шаровой мельнице в стехиометрических пропорциях $3Ti:1.5Al:2 C$ в течение 12 ч. Смешанные порошки подвергали холодному прессованию под давлением 3 МПа с образованием образцов диаметром 27 ± 1 мм и высотой 30 ± 1 мм. Схема установки показанном на рисунке 13.

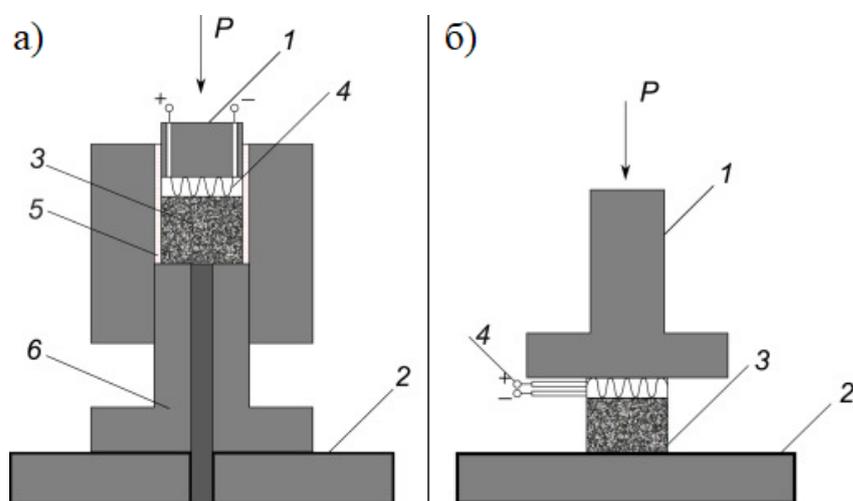


Рисунок 13 – Схема установки для СВС-экструзии (а) и СВС-сжатия (б) [37]

Основной особенностью процесса СВС-экструзии является высокая скорость деформации горячих спеченных изделий, что способствует получению более плотных образцов. По сравнению с СВС-сжатием, который характеризуется объемным сжатием материала, СВС-экструзия деформирует образцы в результате выдавливания материала через формующую матрицу, а процесс спекания осуществляется в следующие этапы (рисунок 13а). Первоначально образец холодного прессования (3) помещают в экструзионную матрицу (6). Реакция СВС инициируется пропусканием электрического тока (30А) через вольфрамовую проволоку W-образной формы (4). Через 3-4 с после реакции материал экструдирован под плунжером, перемещающимся (1) со скоростью 50-100 мм/сек и давлением 50 МПа. В результате образцы в виде стержней изготавливаются в процессе СВС-экструзии.

Основной особенностью режима СВС-сжатия является то, что уплотнение и формирование структуры происходят при постоянном низком давлении (~10 МПа) и без какой-либо конкретной матрицы. Процесс спекания в режиме СВС-сжатия осуществляется в следующих шагах (рисунок 13б). Первоначально образец (3) холодного прессования помещают на пластину (2). Реакция СВС зажигается пропусканием электрического тока (30 А) через вольфрамовую проволоку W-образной формы (4). Через 3-4 с после реакции материал сжимается под действием поршня (1) со скоростью 10-30 мм/сек и давлением ~10 МПа. В результате во время СВС-сжатия получают образцы в виде плоских пластин. Рассчитанная адиабатическая температура во время реакции варьировалась в диапазоне 2000-2100 °С, тогда как реальная температура, измеренная вольфрамовой термопарой, составляла 1700 ± 20 °С. В режимах экструзии и сжатия продолжительность процесса составляла почти 20-25 с.

В таблице 6 представлено содержание МАХ-фаз в спеченных образцах, на основании чего можно заметить, что материалы состоят из таких фаз: Ti_3AlC_2 , TiC и Al_3Ti . Несмотря на одинаковое содержание исходных

компонентов, наблюдается явное различие в соотношении данных фаз в зависимости от способа спекания.

Таблица 6 – Содержание фаз в образцах, полученных методами СВС-сжатия и СВС-экструзии [37]

Способ спекания	Содержание фаз, масс.%
СВС-сжатие	Ti_3AlC_2 – 67,5
	$TiAl_3$ – 19,4
	TiC – 13,1
СВС-экструзия	Ti_3AlC_2 – 81,9
	$TiAl_3$ – 13,4
	TiC – 4,7

Типичная структура материалов с максимальным содержанием МАХ-фазы представлена на рисунке 14. Структура выглядит довольно плотной с наличием некоторых изолированных пор (черных дыр), хорошо развитых удлиненных зерен МАХ -фазы, а также интерметаллического соединения $TiAl$ (темное поле) и карбидов титана (белые включения). Средний размер зерен одинаков для обеих структур ~ 10-12 мкм.

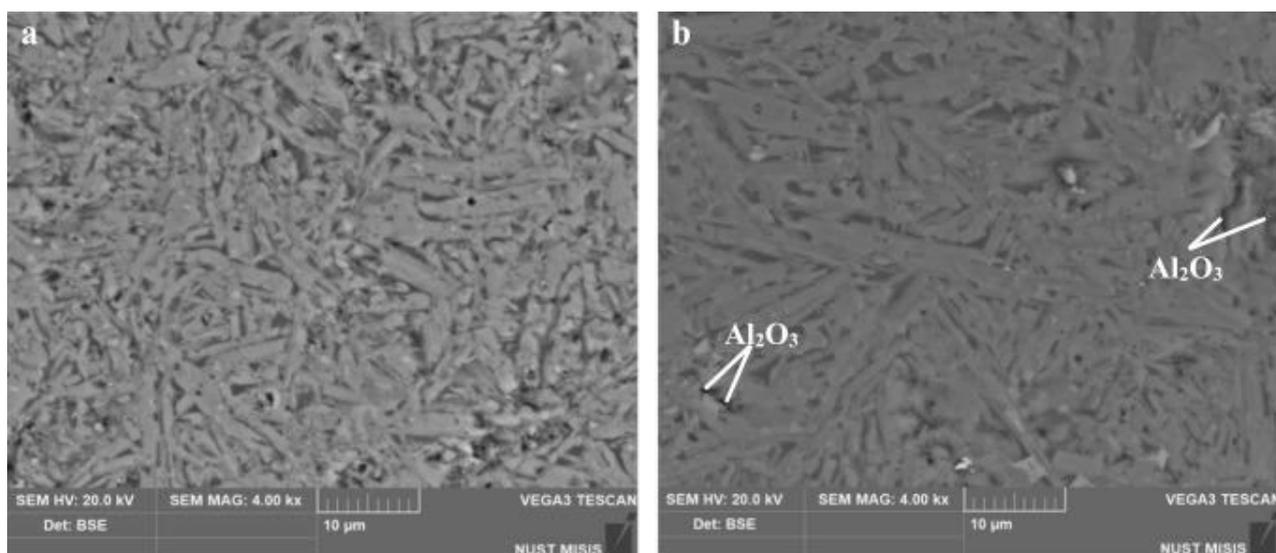


Рисунок 14 – Электронные изображения с обратным рассеянием полированных поверхностей материалов Ti_3AlC_2 , полученные методами СВС-экструзии (а) и СВС-сжатия (б) [37]

При рассмотрении параметров пористости синтезированных образцов, можно заметить, что оба типа Ti_3AlC_2 керамики имеют почти плотную микроструктуру с пористостью порядка 2,80-4,54%. Материалы, синтезированные методом СВС-экструзии, характеризуются более высокой плотностью по сравнению с образцами, подвергнутыми СВС-прессованию, что является следствием высокой скорости деформации. В таблице 7 представлены механические характеристики рассматриваемых образцов.

Таблица 7 – Механические характеристики образцов, полученных при СВС-экструзии и СВС-сжатии [37]

Характеристики	СВС-экструзия	СВС-сжатие
Прочность на сжатие, МПа	720 ± 2	642 ± 2
Твердость по Виккерсу, МПа	6554 ± 119	6167 ± 103
Модуль Юнга, ГПа	222 ± 4	198 ± 3
Электрическое сопротивление, мкОм·м	0,3	0,3

В рамках данной работы продемонстрировано, что синтез керамических материалов на основе МАХ-фаз могут быть получены методами СВС-экструзии и СВС-сжатия. Оба метода обеспечивают формирование МАХ-фазы Ti_3AlC_2 в количестве 67,5 и 81,9 масс.% для режимов сжатия и экструзии соответственно с присутствием TiC и $TiAl_3$ в виде отдельных фаз. Метод СВС-экструзии позволяет получать плотную текстурированную керамику ($4,02 \text{ г/см}^3$) с улучшенной прочностью на сжатие (720 ± 2 МПа) и Модулем Юнга ($221,5 \pm 4$ ГПа) из-за высоких скоростей деформации горячих продуктов при спекании.

Метод, позволяющий получать материалы с сочетанием высоких показателей твердости и относительной плотности, которому в данной работе отведено отдельное внимание – метод искрового плазменного спекания (ИПС), который основан на пропускании через спекаемый образец мощных импульсов тока. На основании чего можно утверждать, что свойства материалов, синтезированных методом ИПС возможно варьировать с помощью состава

исходного сырья и параметров спекания, что открывает возможности для создания новых материалов с ранее недоступными композициями и свойствами.

Гао и др. [38] рассмотрели быстрый синтез плотного материала Ti_3SiC_2 методом искрового плазменного спекания. Порошки Ti, Si и TiC смешивались в стехиометрическом молярном соотношении 1:1:2 и спекались в вакууме (1 Па) при различных температурах (1125-1400 °C). Скорость нагрева составляла 100 °C/мин, а прикладываемое давление варьировалось от 20 до 60 МПа.

Фазовый состав синтезированных образцов главным образом представлял из себя фазу Ti_3SiC_2 с небольшим содержанием вторичных фаз – TiC_x и $Ti_5Si_3C_x$, появление которых зависело от температуры спекания. На рисунке 15 представлены дифрактограммы образцов, полученных при давлении 20 МПа и различных температурах.

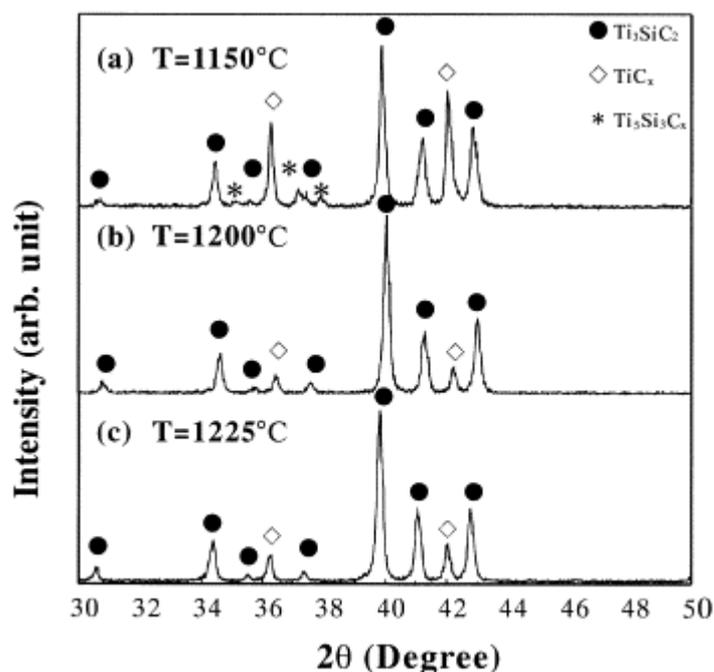


Рисунок 15 – Результаты рентгенофазового анализа образцов, спеченных при различных температурах [38]

На рисунке 16 показана зависимость содержания карбидной фазы TiC_x в зависимости от температуры спекания.

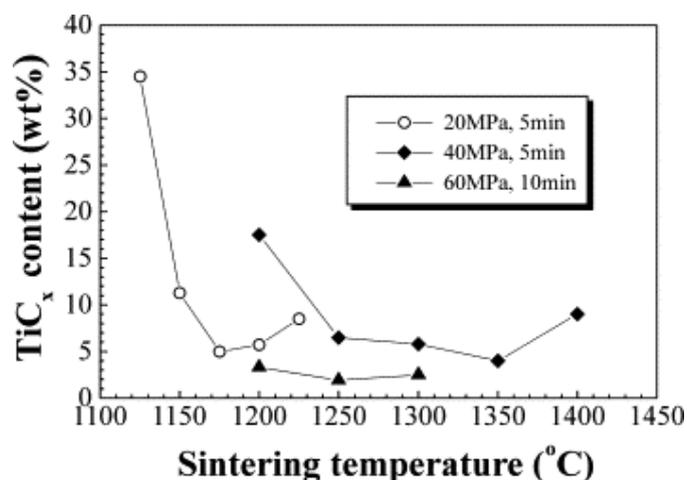


Рисунок 16 – Содержание фазы TiC_x в синтезированных образцах в зависимости от температуры спекания [38]

На рисунке 17 приведены результаты сканирующей электронной микроскопии образца, спеченного при 1200 °С, 20 МПа в течение 5 мин после травления в растворе $HF:HNO_3$. Мелкозернистая структура состоит из средних зерен МАХ-фазы Ti_3SiC_2 , размеры которых порядка 10 мкм, карбидной фазы TiC_x (показан в виде яркого контраста) с размерами 1-2 мкм и крупных пор черного цвета, размер которых около 10 мкм, которые образовались после травления на месте фазы $Ti_5Si_3C_x$.

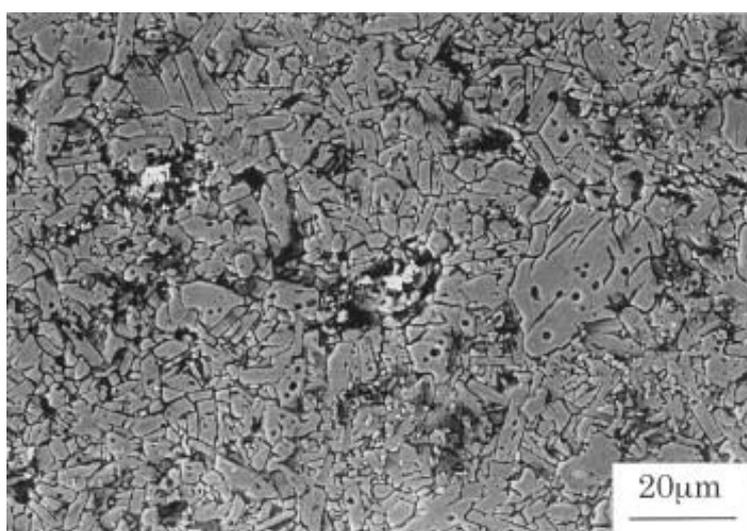


Рисунок 17 – Результаты СЭМ отполированной и протравленной поверхности образца, спеченного при 1200 °С, 20 МПа в течение 5 мин [38]

Зависимость твердости исследуемых образцов от приложенной нагрузки вдавливания для одного и того же образца показана на рисунке 18. Можно заметить, что при более высоких нагрузках микротвердость материала достигает постоянного значения 3,2 ГПа, такое низкое значение твердости может быть объяснено невысоким значением плотности материала.

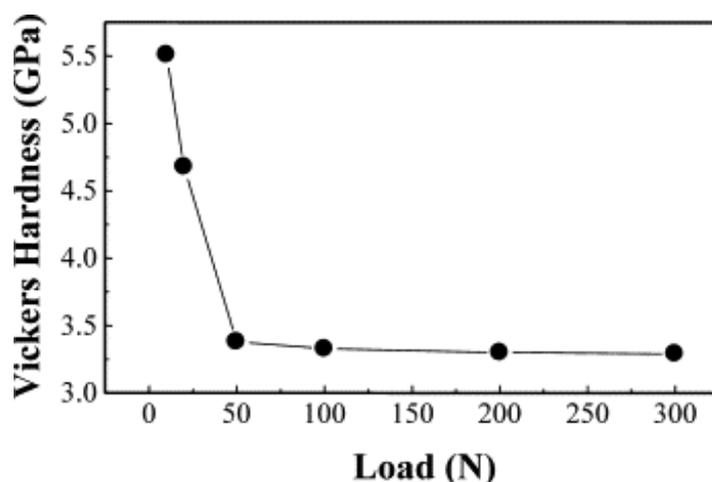


Рисунок 18 – Твердость по Виккерсу в зависимости от прикладываемой нагрузки для образца, спеченного при 1200 °С, 20 МПа в течение 5 мин [38]

В работе [39] более подробным образом рассматривается влияние параметров искрового плазменного спекания на плотность и механические свойства спеченных порошков Ti_3SiC_2 . Температура спекания варьировалась от 1070 до 1300 °С, время выдержки – от 1 до 10 мин, а приложенное давление – от 60 до 180 МПа. Спекание проводилось в вакууме (10^{-2} Па) с использованием переменного тока с частотой 50 Гц.

При рассмотрении влияния температуры спекания, выявлен тот факт, что полностью уплотненные образцы были синтезированы при температуре 1250 и 1300 °С, давлении 60 МПа и времени выдержки 7 минут. Теоретическая плотность Ti_3SiC_2 , по данным Ramprich et al. [40], составляет 4,53 г/см³. В образцах, полученных при ранее указанных параметрах, наблюдалось повышение плотности от 3,6 до 4,5 г/см³ при увеличении температуры спекания (рисунке 19).

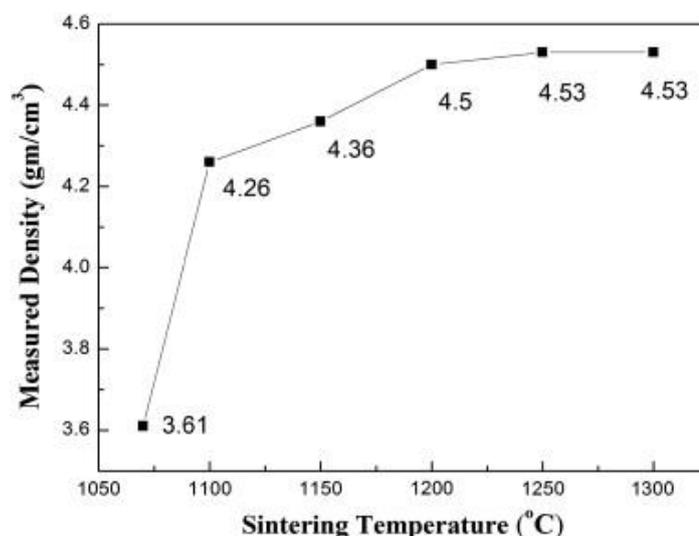


Рисунок 19 – Влияние температуры спекания на плотность Ti_3SiC_2 , полученного при давлении 60 МПа и времени выдержки 7 мин [39]

В таблице 8 приведены результаты определения плотности, твердости, вязкости разрушения и модуля Юнга для образцов, полученных при давлении 60 МПа и времени выдержки 7 минут при различных температурах спекания. Значение твердости исследуемых образцов постепенно возрастает, что прямым образом связано с увеличением их плотности. Максимальное значение твердости составило 8,2 ГПа при температуре 1300 °С. Вязкость разрушения увеличилась с 4 до 5,4 МПа · м^{1/2}, а модуль Юнга с 129 до 328 ГПа по мере увеличения температуры спекания. Причем максимальное значение модуля Юнга соответствует значению, представленному Barsoum в работе [41].

Таблица 8 – Результаты исследования плотности и механических свойств образцов (P=60МПа, t=7мин) [39]

	Температура спекания, °С	Плотность, г/см ³	Механические свойства		
			Твердость, ГПа	Вязкость разрушения, МПа·м ^{1/2}	Модуль Юнга, ГПа
1	1100	4.26	–	–	129
2	1150	4.36	6.1	4	286
3	1200	4.50	7.1	5.2	313
4	1250	4.53	7.2	5.2	312
5	1300	4.53	8.2	5.4	328

Влияние температуры и времени выдержки при ИПС композитов на основе карбосилицида было также рассмотрено в статье [42], где в качестве исходного сырья использовались порошки $2\text{Si}/3\text{TiC}$. Температура спекания варьировалась в диапазоне 1250 – 1400 °С, давление сохранялось постоянным – 60 МПа. Наибольшее содержание фазы Ti_3SiC_2 (87 масс. %) было достигнуто при температуре 1400 °С в течение 20 мин. В этих оптимальных условиях относительная плотность была выше 99%. Модуль Юнга, твердость по Виккерсу, предел текучести при сжатии данного образца составил: 325 ГПа, 4,9 ГПа и 995 МПа соответственно.

Получение композитных материалов на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 из прекерамических бумаг методом ИПС было изучено на базе ТПУ [43]. Спекание образцов проводилось при температуре 1373-1473 К и давлении спекания – 20, 40, 50 МПа, время выдержки – 10 минут. С помощью метода гидростатического взвешивания были получены результаты плотности спеченного материала, так при давлении 20 МПа данная величина равна 3,140 г/см³, 40 МПа – 3,579 г/см³, 50 МПа – 4,039 г/см³. В рамках данного исследования была рассмотрена микроструктура полученных образцов методом сканирующей электронной микроскопии, результаты которой представлены на рисунке 20. Было показано, что при температуре спекания 1373 К и давлении 20 МПа формируются пористые композиты. Данная зависимость объясняется тем, что данная температура является недостаточной для проведения полноценного процесса спекания МАХ-фазы Ti_3SiC_2 . Повышение температуры до значения 1437 К делает процесс спекания более интенсивным, что приводит к уменьшению пористости материала. Повышение давления при данной температуре влечет за собой увеличение плотности МАХ-фазы, что соответствует результатам гидростатического взвешивания.

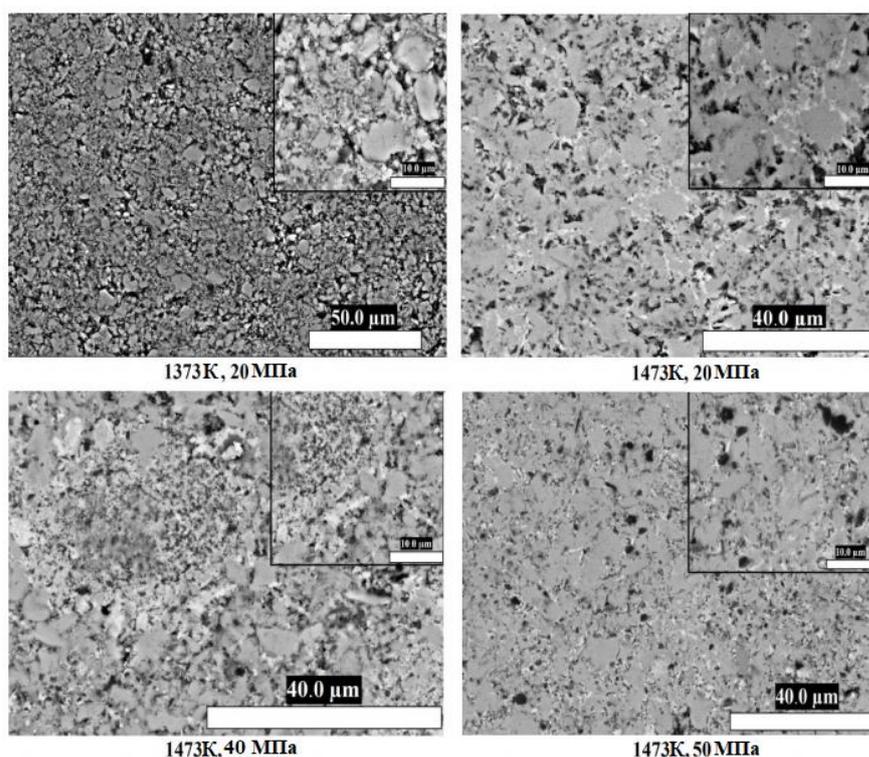


Рисунок 20 – СЭМ-изображения поверхности спеченных материалов на основе Ti_3SiC_2 [43]

На основании рассмотренной работы установлено, что оптимальные режимы получения из прекерамических бумаг композитов с высокой плотностью и содержанием МАХ-фаз являются: температура – 1200-1250 °С, давление – 50 МПа, время выдержки – 5 мин.

Как было установлено выше, что образование или добавление вторичных фаз TiC и Al_2O_3 приводит к значительному увеличению твердости и предела прочности при изгибе композитов на основе Ti_3SiC_2 и Ti_3AlC_2 . В связи с чем появился интерес в создании функциональных градиентных материалов (ФГМ) на основе МАХ-фаз, которые представляют из себя многофункциональные материалы, свойства которых могут быть оптимизированы путем изменения их состава и/или микроструктуры.

В работе [44] были получены ФГМ из прекерамических бумаг на основе МАХ-фаз $Ti_3Si(Al)C_2$ (TSC) и $Ti_3Al(Si)C_2$ (TAC) методом искрового плазменного спекания. Три серии композитов с различной архитектурой были приготовлены путем различной укладки прекерамических бумаг с порошковым

наполнителем на основе TSC и TAC, схема укладки и параметры спекания представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Схема укладки образцов и параметры спекания [44]

Образец	Укладка	Параметры спекания
ФГМ2–2	(2TAC/2TSC) ₆	T=1250°C Скорость нагрева 180°C/мин P=50 Мпа T=5 мин.
ФГМ3–3	(3TAC/3TSC) ₄	
ФГМ6–12–6	6TAC/12TSC/6TAC	

На рисунке 21 показана типичная рентгенограмма композитов ФГМ3–3 и ФГМ6–12–6. Анализ показал, что композиты имеют плотную слоистую структуру без расслоений и пор. Слои разного состава можно различить по контрасту. Светлая область соответствует слоям TSC, а более темная – слоям TAC. Кроме того, видны наложения слоев и яркие полосы на границах между слоями и внутри них.

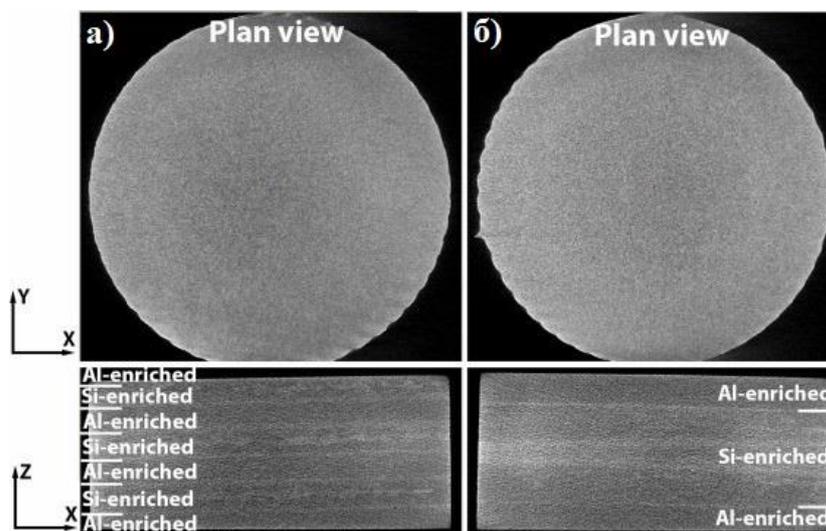


Рисунок 21 – Рентгенограммы композитов ФГМ3–3 (слева) и ФГМ6–12–6 (справа) [44]

В таблице 10 представлены механические свойства полученных композитов. Спеченные ФГМ демонстрируют высокую прочность на изгиб. Видно, что прочность на изгиб у многослойных композитов ФГМ3–3 и ФГМ2–

2 выше, чем у трехслойных композитов ФГМ6–12–6. Максимальная прочность на изгиб более 600 МПа была достигнута для композита ФГМ3–3. Это связано с поглощением энергии разрушения за счет многократного прогиба и разветвления трещин на границах раздела слоев. Однако, как было показано, процесс спекания приводит к формированию отчетливой микроструктуры на границе раздела слоев ТАС и ТСС. Дополнительно образуется наличие более хрупких силицидных включений, которые также могут способствовать прогибу трещин при разрушении. В результате композиты ФГМ2–2 и ФГМ3–3 обладают более высокой прочностью на изгиб по сравнению с ФГМ6–12–6. Однако увеличение количества слоев, а, следовательно, и увеличение доли хрупких границ раздела, вероятно, является основной причиной снижения прочности на изгиб ФГМ2–2 по сравнению с композитом ФГМ3–3. Наименьшее значение модуля упругости (таблица 10) для ФГМ2–2 также может свидетельствовать о большей доле силицидных фаз, имеющих более низкий модуль упругости. Для композитов ФГМ 3–3 и ФГМ 6–12–6 модуль упругости составляет около 320 ГПа, что близко к МАХ-фазе $Ti_3(Si,Al)C_2$ [45]. Все испытанные образцы показали деформацию около 0,2%, характерную для хрупких материалов.

Таблица 10 – Механические свойства спеченных образцов [44]

Образец	Прочность на изгиб, МПа	Напряжение, %	Модуль упругости, ГПа
ФГМ 2–2	520 ± 50	0.21 ± 0.01	300 ± 30
ФГМ3–3	660 ± 70	0.24 ± 0.06	325 ± 15
ФГМ6–12–6	485 ± 35	0.19 ± 0.02	319 ± 3

Прирост массы ФГМ после 5-часового окисления на воздухе при 1300 °С показан на рисунке 22. Для оценки стойкости к окислению ФГМ-композитов их прирост массы сравнивали с прекерамическими бумажными композитами на основе $Ti_3Si(Al)C_2$ и $Ti_3Al(Si)C_2$. Видно, что композиты $Ti_3 Si(Al)C_2$ обладают низкой стойкостью к окислению (37 мг/см^2). Окислительный прирост массы

ФГМ был более чем в 10 раз ниже за счет формирования слоистой структуры с наружными слоями МАХ-фазы, обогащенной алюминием. Таким образом, ФГМ демонстрируют высокую коррозионную стойкость, близкую к стойкости композитов на основе $Ti_3Al(Si)C_2$. Различие в приросте массы при окислении ФГМ и композитов на основе $Ti_3Al(Si)C_2$ связано с окислением боковой поверхности, содержащей слои, обогащенные кремнием.

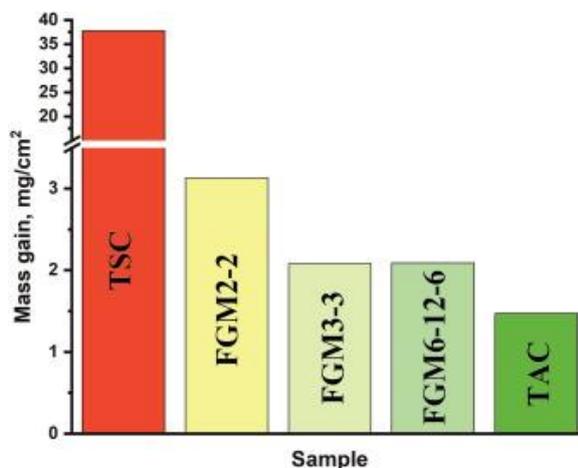


Рисунок 22 – Прирост массы ФГМ на основе $Ti_3Si(Al)C_2$ и $Ti_3Al(Si)C_2$ после окисления на воздухе при температуре 1300 °С в течение 5 ч. [44]

Данная работа, выполненная на базе Томского политехнического университета, продемонстрировала возможность создания ФГМ методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг на основе МАХ-фаз $Ti_3Si(Al)C_2$ и $Ti_3Al(Si)C_2$. Полученные ФГМ демонстрируют высокие механические свойства, которые определяются микроструктурой и составом отдельных слоев, а также архитектурой композитов. Также данные ФГМ обладают хорошей коррозионной стойкостью на воздухе при температуре 1300 °С, что напрямую зависит от образования в наружном слое обогащенной алюминием фазы $Ti_3Al(Si)C_2$. Таким образом, предложенный подход формирования композитов на основе прекерамических бумаг методом искрового плазменного спекания может быть использован для создания высокопрочных коррозионно-стойких материалов на основе МАХ-фаз.

1. 4 Градиентные материалы на основе МАХ-фаз

Работоспособность конструкций на основе композитных материалов может быть повышена за счет создания градиентных структур, состоящих из двух или более разнородных по химическому составу или структуре компонентов, определенным образом распределенных по объему детали. Такой подход позволит синтезировать композиты с уникальным набором свойств.

1. 4. 1 Ламинированные композиты на основе МАХ-фаз

Обычный подход к упрочнению керамики заключается во включении армирующей фазы, например, частиц, нитевидных кристаллов, волокон или армирующих материалов с фазовым превращением. В работах [46,47] продемонстрировано, что керамические композиты, армированные волокном, значительно повышают прочность и вязкость керамики. Однако также хорошо известно, что изготовление керамики, армированной волокнами, является сложным, трудоемким и дорогостоящим процессом [48]. Кроме того, трудно изготовить сверхвысокотемпературные керамические композиты, армированные волокном, с высокой плотностью. Slegg с коллегами разработали слоистый SiC-композит, разделенный промежуточным слоем графита, который демонстрировал ступенчатое разрушение с высокой вязкостью и энергией разрушения из-за наличия графитовой промежуточной фазы со слабой связью между слоями SiC [49]. Ламинированная структура считается простым и перспективным методом повышения вязкости и достижения высокой плотности. В последние годы было проведено много исследований металллокерамических композитов со слоистой структурой, таких как $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ [50], $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/BN}$ [51], $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/Ti}$ [52], HfC-SiC/G [53], $\text{Ti-(SiC}_f\text{/Al}_3\text{Ti)}$ [54].

Научной группой [50] методом искрового плазменного спекания были синтезированы ламинаты на основе $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ с многослойной структурой,

где $\text{HfB}_2\text{-SiC}$ является матрицей, а металлическая фольга Nb – промежуточным слоем. Металлическая фольга Nb выбрана в качестве промежуточного слоя из-за ее отличной пластичности, хорошей смачиваемости керамикой HfB_2 и высокой температуры плавления, соответствующей условиям работы для HfB_2 .

Спекание проводилось в среде вакуума при температуре $1750\text{ }^\circ\text{C}$ и давлении 35 МПа на установке ИПС. Для сравнения и анализа механических характеристик полученных ламинатов при тех же условиях был приготовлен образец монолитной керамики $\text{HfB}_2\text{-SiC}$, но без добавления фольги Nb.

Для оценки процесса разрушения монолитной керамики $\text{HfB}_2\text{-SiC}$ и ламинированного композита $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ выполнены СЭМ-изображения, на которых представлены траектории распространения трещин для двух образцов (рисунок 23). Механизм распространения трещины в монолитной керамике $\text{HfB}_2\text{-SiC}$ характерен хрупкому разрушению, трещина в данном случае распространяется по прямой траектории по всему образцу от верхней грани до нижней, что приводит к полному хрупкому разрушению материала (рисунок 23а). Напротив, в ламинате $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ трещина распространяется по зигзагообразной траектории, т.е. наблюдаются отклонения и разветвления трещин вблизи границ раздела керамика-металл. Повторяющиеся параллельные и вертикальные трещины приводят к удлинению пути трещины, тем самым рассеивая энергию разрушения. Кроме того, на границе раздела между матрицей и слоем Nb наблюдается расслоение, также способствующее диссипации энергии. Таким образом, значительная работа разрушения, затрачивается на расслоения, отклонение и разветвление распространяющихся трещин, обеспечивая повышение вязкости разрушения ламинированного композита $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ ($14,2\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$), в сравнении с монолитной керамикой ($6,1\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$).

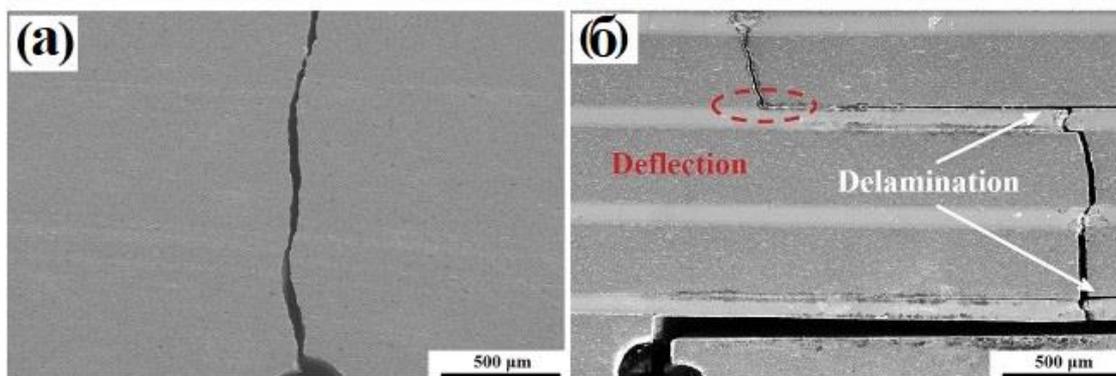


Рисунок 18 – СЭМ-изображения распространения трещин (а) в монолитной керамике $\text{HfB}_2\text{-SiC}$ и (б) ламинате $\text{HfB}_2\text{-SiC/Nb}$ [50]

Тем же научным коллективом были получены ламинированные композиты $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/BN}$ [51] и $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/Ti}$ [52], механические свойства которых представлены в таблице 11. На основании чего можно заметить, что прочность на изгиб $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/Ti}$ (621 МПа) почти в два раза выше, чем у $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/BN}$ (381 МПа), что главным образом связано с отсутствием химической связи между BN и ZrB_2 . Физическая природа связи между BN и ZrB_2 приводит к слабой прочности сцепления между матрицей и промежуточным слоем после спекания. Более того, модуль упругости BN относительно низок, что ограничивает прочность на изгиб образцов $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/BN}$. Повышение прочности, наблюдаемое для $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/Ti}$, объясняется более высокой твердостью TiB_2 , являющегося продуктом реакции ZrB_2 и Ti, что позволяет выдерживать большую нагрузку. Вязкость разрушения, наблюдаемая для $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/Ti}$ ($15,30 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) примерно на 15% выше, чем для $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w\text{/BN}$ ($13,31 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$). Кроме того, введение вязкого металлического Ti и образование нитевидных кристаллов («усов») TiB способствует дальнейшему развитию механизмов упрочнения, а именно: отклонение и разветвление трещин, вытягивание усов и образование ямок.

Таблица 11 – Механические свойства ламинированных образцов ZrB_2-SiC_w/Ti и ZrB_2-SiC_w/BN [51, 52]

	Прочность на изгиб, МПа	Вязкость разрушения, МПа·м ^{1/2}	Работа на разрыв, Дж/м ²
ZrB_2-SiC_w/Ti	621±10	15,30±0,7	1735±10
ZrB_2-SiC_w/BN	381±16	13,31±0,3	1037±28

На рисунке 24 представлена кривая нагрузки-перемещения для двух образцов. Как можно заметить, максимальная нагрузка для образца ZrB_2-SiC_w/Ti (177 Н) намного выше, чем для керамики ZrB_2-SiC_w/BN (122 Н). Для образца ZrB_2-SiC_w/Ti наблюдалось типичное ступенчатое поведение, связанное с распространением трещин в межслоевом пространстве. Трещины, возникшие под действием давления или других механических процессов, распространялись вдоль направления параллельного внешней силы в слое керамической подложки (ZrB_2-SiC_w). Хрупкое разрушение сдерживалось, когда трещины достигали слоя Ti. Наблюдаемое зигзагообразное распространение трещин повышает работу разрушения керамических матричных композитов. Работа разрушения для ZrB_2-SiC_w/Ti (1735 Дж/м²) была на 70% больше, чем для керамики ZrB_2-SiC_w/BN (1037 Дж/м²). Таким образом, способность выдерживать многократные нагрузки и устойчивость к распространению трещин повышают вязкость разрушения материалов ZrB_2-SiC_w/Ti .

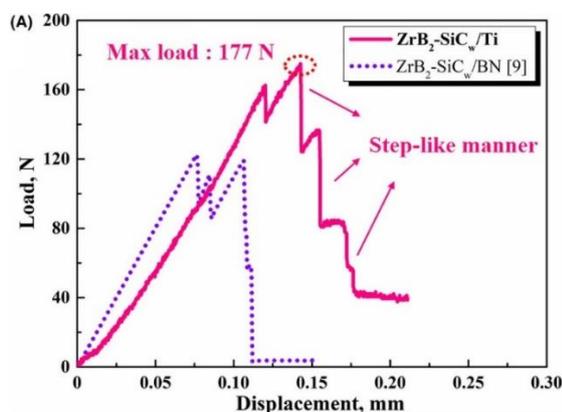


Рисунок 19 – Типичная кривая нагрузка-перемещение для ламинированных образцов ZrB_2-SiC_w/Ti и ZrB_2-SiC_w/BN [51, 52]

В работе [53] слоистую керамику HfC-SiC с графитовыми прослойками изготавливали методом горячего прессования в атмосфере аргона при температуре 1950°C и удельном давлении 30 МПа, которые обозначались HSG. Также для сравнения были синтезированы контрольные образцы монолитной керамики HfC-SiC, которые имели обозначение HS.

На рисунке 25 представлена СЭМ-изображение боковых поверхностей образцов HSG и HS после испытания на трещиностойкость. Трещина имеет схожий характер распространения в монолитном и ламинированном образце. В образце HS трещина распространяется прямолинейно (рисунок 25б), а в образце HSG – зигзагообразно (рисунок 25а). В HSG трещина зарождается от надреза и распространяется вверх по слою HfC-SiC, пока не достигает прослойки графита. Затем трещина меняет направление и продолжает распространение в горизонтальном направлении в пределах графитового слоя. При дальнейшем увеличении нагрузки трещина, пройдя определенное расстояние, изгибается и вновь начинает распространяться вертикально в слое матрицы. Трещина распространяется попеременно в пределах слоя HfC-SiC и слоя графита до тех пор, пока сквозные трещины не пройдут полностью сквозь весь образец. Повторяющиеся отклонения трещины заметно увеличивают ее путь распространения и требуют поглощения большего количества энергии разрушения, что способствует повышению вязкости разрушения образца HSG.

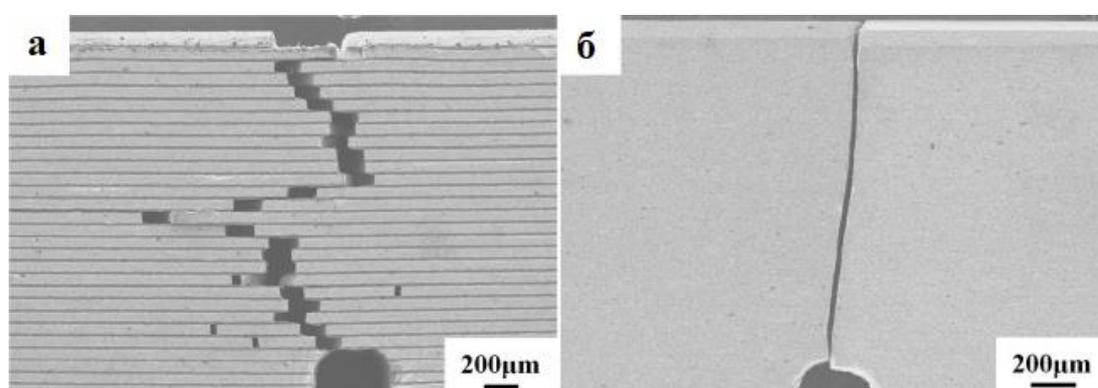


Рисунок 20 – СЭМ-изображения траекторий распространения трещин в образцах HSG (а) и HS (б) [53]

Механические свойства образцов HSG и HS представлены в таблице 12. Прочность на изгиб образца HSG (326 ± 23 МПа) в направлении, перпендикулярном направлению расслоения, ниже, чем у образца HS (403 ± 31 МПа) за счет введения слабой прослойки графита. Максимальное значение трещиностойкости образца HSG составляет $9,09 \pm 0,51$ МПа·м^{1/2}, что в два раза выше, чем для образца HS ($4,22 \pm 0,16$ МПа·м^{1/2}). По сравнению с образцом HS, значительное повышение вязкости разрушения образца HSG объясняется несколькими механизмами вязкостного упрочнения, такими как отклонение, разветвление трещин и расслоение композита.

Таблица 12 – Механические свойства HS и HSG [53]

	Прочность на изгиб, МПа	Вязкость разрушения, МПа·м ^{1/2}	Работа разрушения, Дж/м ²
HSG	326 ± 23	$9,09 \pm 0,51$	1037 ± 86
HS	403 ± 31	$4,22 \pm 0,16$	51 ± 8

В статье [54] рассматривается механизм повышения прочности за счет создания многослойной структуры с армирующими волокнами. Для создания композита Ti-(SiC_f/Al₃Ti) используется фольга из титанового сплава (Ti-6Al-4V, толщиной 0,5 мм), алюминиевая фольга (толщиной 0,7 мм), а также волокно SiC (диаметром 10-15 мкм). После процедуры подготовки используемых фольг, исходное сырье было уложено в порядке «Ti-SiC-Al-SiC-Ti», который определялся как один базовый «блок», как показано на рисунке 26. Спекание проводилось методом горячего прессования в несколько этапов, при температурах 620, 640 и 660 °С. Более того, также был приготовлен ламинированный композит Ti-Al₃Ti без волоконного армирования для сравнения полученных результатов.

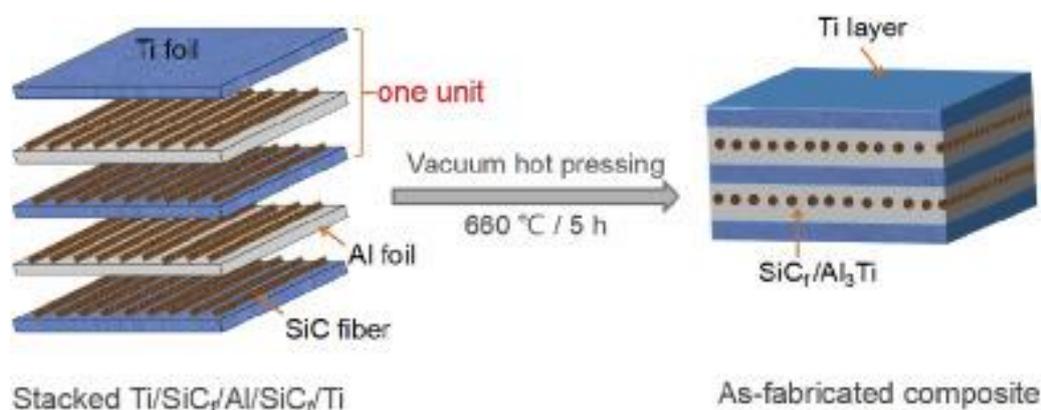


Рисунок 21 – Схематическое изображение процесса изготовления слоистого композита $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ [54]

Результаты механических испытаний двух образцов $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$ и $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ представлены в таблице 13. Видно, что прочность на сжатие (при нагрузке, перпендикулярной слоям), прочность на изгиб и вязкость разрушения композита $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ увеличиваются благодаря добавлению SiC -волокна по сравнению с композитом $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$. Также хорошо видно, что при приложении нагрузки, перпендикулярной слоям, прочность на сжатие композита $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ составляет ~ 1430 МПа, что на 10% выше, чем у композита $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$. Этот результат также подтверждается кривыми деформации при сжатии (3 и 4), построенными на рисунке 27. Между тем, деформации разрушения примерно одинаковы для композитов $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ и $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$. Это означает, что прочность слоистого композита значительно повышается при сохранении пластичности композита $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$. Однако при приложении нагрузки, параллельной слоям, композиты $\text{Ti}-(\text{SiC}_f/\text{Al}_3\text{Ti})$ демонстрировали несколько меньшую прочность на сжатие (~ 970 МПа) по сравнению с композитом $\text{Ti}-\text{Al}_3\text{Ti}$ (~ 1030 МПа). Кроме того, отмечено, что при нагрузке, параллельной слоям, прочность на сжатие двух композитов с армированием и без него ниже, чем при перпендикулярной нагрузке, что свидетельствует об анизотропии свойств материала.

Таблица 13 – Механические свойства исследуемых композитов при различных условиях нагрузки [54]

Материал	Направление нагрузки	Прочность на сжатие, МПа	Прочность на изгиб, МПа	Вязкость разрушения, МПа·м ^{1/2}
Ti-Al ₃ Ti	Перпендикулярно	1300±10	330±20	–
	Параллельно	1030±20	–	19,9±1,0
Ti-(SiC _f /Al ₃ Ti)	Перпендикулярно	1430±20	410±30	–
	Параллельно	970±30	–	28,2±1,7

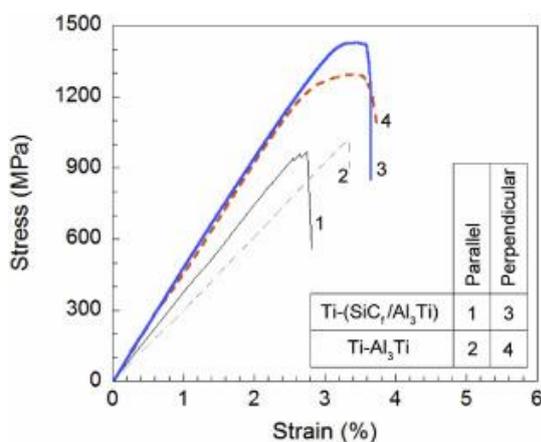


Рисунок 22 – Кривые деформации при сжатии для слоистых композитов Ti-(SiC_f/Al₃Ti) и Ti-Al₃Ti при различной ориентации нагрузки [54]

Таким образом, рассмотренные работы демонстрируют, что формирование многослойных ламинированных композитов, включающих в свою структуру твердую матрицу с высокой несущей способностью и слабый промежуточный слой, допускающий упругую деформацию, дает новые возможности для создания высокоустойчивой к повреждениям керамики на основе МАХ-фаз. Также отдельным направлением в функционализации композитов на основе МАХ-фаз является процесс создания композитов с градиентом пористости. Так, например, пористый Ti₂AlC является привлекательным материалом для применений, таких как электродные материалы для жестких химических сред, микробные топливные элементы [55] и солнечные объемные коллекторы [56].

1. 4. 2 Композиты на основе МАХ-фаз с градиентом пористости

Liangfa Hu и др. изготовили пену Ti_2AlC с контролируемой пористостью с использованием $NaCl$ в качестве порообразователя [57]. В указанной работе рассматривается влияние пористости и размера пор на модули упругости при комнатной температуре, прочность на сжатие и теплопроводность пористого Ti_2AlC .

Tobias Fey и др. в своей работе [58] изготовили и описали процесс создания пены Ti_2AlC со ступенчатой пористостью, матрица которой заполнялась четырьмя различными слоями с объемным содержанием порообразователя $NaCl$ 0, 20, 40 и 60 % (рисунок 28). Спекание проводилось методом ИПС в интервале температур 1100–1200 °С при 50–100 МПа в течение 20 мин. На основании проведенных исследований сделан вывод, что модуль упругости уменьшается с увеличением объемной доли пористости, что, в свою очередь, согласуется с экспоненциальной моделью, моделью Хассельмана и моделью композитных сфер. Прочность на сжатие снижалась как с увеличением объемной пористости, так и с увеличением размера пор. Однако из-за образования перегибов и полос перегиба это уменьшение более умеренное, чем в типичных пористых хрупких средах. Коэффициент теплопроводности при комнатной температуре увеличивался с увеличением пористости, но практически не изменялся с увеличением размера пор.

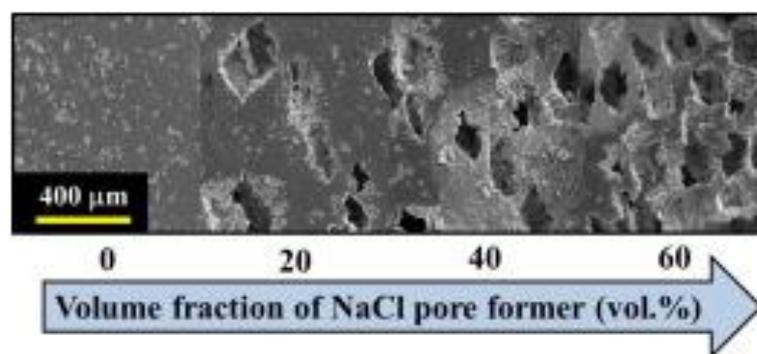


Рисунок 23 – Микрофотография пористого образца Ti_2AlC со ступенчатой пористостью [58]

Научной группой под руководством Gonzalez-Julian исследована стойкость к окислению пористых МАХ-фаз Cr_2AlC [59]. В работе производился синтез пены на основе Cr_2AlC с низкой (35 об.%), средней (53%) и высокой (75%) пористостью и размером пор от 90 до 400 мкм, в качестве порообразователя использовался NH_4HCO_3 . Результаты исследования показали, что пена не подвергается значительному окислению до 800 °С, а дальнейшее повышение температуры способствует образованию внешнего непрерывного защитного слоя – $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, который защищает от дальнейшего окисления вплоть до температуры 1300 °С и образуется преимущественно за счет миграции Al к поверхности материала из кристаллической структуры Cr_2AlC . Миграция атомов алюминия вызывает образование промежуточных слоев на основе карбидов, таких как Cr_7C_3 и Cr_3C_2 , между слоев оксида алюминия и Cr_2AlC , что способствовала процессу адгезии, т.е. сцеплению данных слоев. Прочность на сжатие пены с объемным содержанием пористости 53 и 75% и размером пор от 180 до 250 мкм составляла 73 и 13 МПа соответственно. Прочность на сжатие значительно увеличивалось при окислении пен при температуре 1200 °С в течение 1 часа, что вызвано переходом из режима межкристаллического разрушения в режим транскристаллитного разрушения. Эти результаты открывают возможность использования пен Cr_2AlC в установках при высоких температурах в среде воздуха, таких как теплообменники и носители катализаторов.

Несмотря на большой интерес к синтезу материалов на основе МАХ-фаз, на сегодняшний день не так много детальных исследований пористых градиентных композитов, которые можно использовать в условиях агрессивных сред посредством контроля количества, размера и распределения пор в материале.

2 Экспериментальная часть

2.1 Исходное сырье

В качестве исходного сырья в данной работе используется прекерамическая бумага с порошковым наполнителем на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 и $Ti_3Al(Si)C_2$. Прекерамическая бумага [60] представляет собой многослойный композиционный материал, процесс изготовления которого связан с использованием бумагоделательной машины (БДМ) (рисунок 24) и включает следующие этапы:

- приготовление исходной эмульсионной суспензии, содержащей наполнитель и целлюлозное волокно;
- коагуляцию волокна и наполнителя в суспензии с использованием полимерных добавок;
- формирование листа бумаги путем обезвоживания исходного сырья.

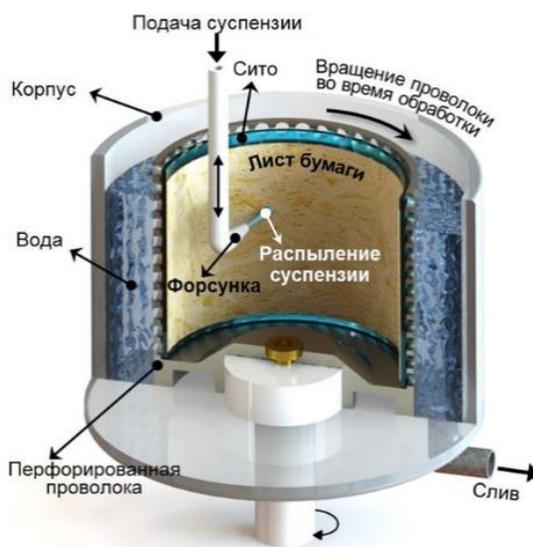


Рисунок 24 – Схема бумагоделательной машины [60]

Суспензия, состоящая из волокон, наполнителя, веществ для удержания наполнителя и связующего, переносятся в бумагоделательную машину. Во

время обработки бумаги водную суспензию распыляют на перфорированную вращающуюся проволоку. Для приготовления водной суспензии используется вода (рН: 7,6) и пульпа, состоящая из 40 масс.% не измельченной целлюлозы из мягкой древесины и 60 масс.% не измельченной целлюлозы из твердой древесины. Концентрация волокон в водном растворе составляет 1,2 масс.%. Концентрация порошкового наполнителя в прекерамических бумагах может варьироваться от 60 до 90 масс.%. В данной работе была использована бумага с концентрацией 90 масс.%. После дегидратации бумажные листы сушатся при температуре 110 °С в течение 15 минут. Впоследствии высушенные листы прекерамической бумаги прокатываются с помощью каландра с максимальной нагрузкой 100 Н/мм при температуре 80 °С и подачей бумаги со скоростью 0,5 мм/мин [61].

Для создания функциональных материалов с градиентом пористости использовалась прекерамическая бумага с порошковым наполнителем на основе МАХ-фаз Ti_3SiC_2 . Для создания требуемого градиента пористости использовалось 2 схемы укладки слоев (рисунок 25), в первой схеме концентрация порошкового наполнителя во внешних слоях составляла 70 масс.%, во внутреннем – 90 масс. % (рисунок 25а, образец: 70-90-60). Во второй схеме внешние слои содержали 90 масс. % порошкового наполнителя, а внутренний – 70 масс. % (рисунок 25б, образец: 90-70-90). Общее количество слоев в «стэке» составило 24, т.е. концентрация порошкового наполнителя изменялась через 8 слоев. Толщина отдельных листов прекерамической бумаги с концентрацией 70 масс.% составила 150 мкм, с концентрацией 90 масс.% – 300 мкм.

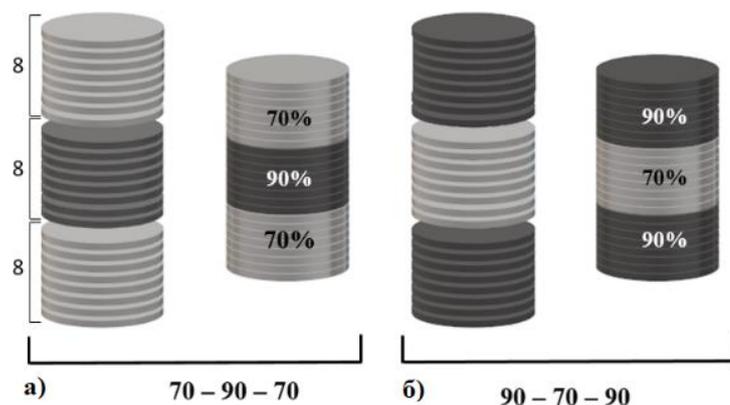


Рисунок 24 – Схема укладки композитных материалов с градиентом пористости: а) образец 70-90-70; б) образец 90-70-90

Для создания ламинированного композита исходное сырье представляло из себя градиентный по составу материал с чередующимися слоями прекерамической бумаги на основе МАХ-фазы $Ti_3Al(Si)C_2$ (ТАС) и металлической фольгой Nb. Чередование слоев исходного сырья производилось по 3 схемам для образца ТАС_Nb на каждый слой металлической фольги Nb приходился слой прекерамической бумаги, для образца 2ТАС_Nb на каждый слой Nb приходилось 2 слоя ТАС, для образца 3ТАС_Nb на каждый слой Nb – 3 слоя ТАС. Общее количество слоев для образцов ТАС_Nb, 2ТАС_Nb, 3ТАС_Nb составило 24. Схема укладки слоев для образца 2ТАС_Nb показан на рисунке 26. Толщина слоя прекерамической бумаги 150 мкм, толщина металлической фольги Nb – 100 мкм.

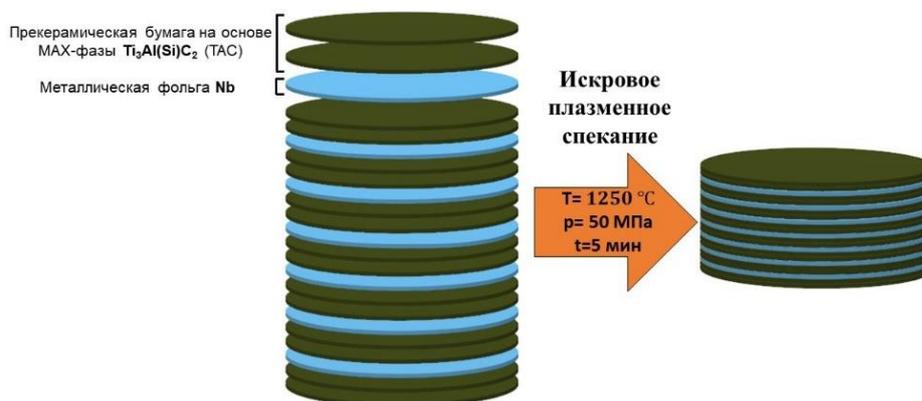


Рисунок 25 – Схема укладки ламинированного композита из прекерамической бумаги на основе МАХ-фаз Ti_3SiC_2 и металлической фольги Nb

Прекерамические листы изготавливались с помощью бумагодельной машины D7 (Sumet Systems GmbH, Денклинген, Германия).

2. 2 Спекание исходного сырья

Процесс спекания градиентных и ламинированных композитов проводился на установке для спекания в искровой плазме SPS 10–4 (Advanced Technology, США). Исходные материалы для спекания помещались между двумя пуансонами в графитовую оснастку. Для улучшения проводимости между оснасткой и материалом была проложена графитовая бумага. Параметры спекания образцов представлены в таблице 14.

Таблица 14 – Параметры синтеза градиентных и ламинированных композитов методом ИПС

Образцы	Температура, °С	Давление, МПа	Время выдержки при спекании, минут
70-90-70 90-70-90	1050	10	5
ТАС_Nb 2ТАС_Nb 3ТАС_Nb	1250	50	5

После синтеза образцы были подвержены шлифовке, полировке и чистке в ультразвуковой ванне для дальнейшего исследования.

2. 3 Механическая обработка

Спеченные композиты представляли из себя монолитные диски диаметром 20 мм, которые после процесса спекания были подвержены механической обработке для дальнейшего исследования. Механическая обработка поверхности образцов и поперечного шлифа включала процесс

шлифовки и полировки с использованием карбидокремниевой бумаги с маркировками по ISO от 320 до 4000 и алмазными суспензиями с зернистостью до 1 мкм. После полировки образцы промывались в ультразвуковой ванне с ацетоном в течение 15 минут.

2. 4 Рентгеноструктурный анализ

Исследование фазового состава образцов проводилось методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S (CuK α излучение), который представлен на рисунке 27. Ускоряющее напряжение и ток составляли 40 кВ и 30 мА соответственно. Параметры съемки: угол 2θ – 5–90°; скорость сканирования – 5 °/мин; угловое разрешение – 0,0143°; время экспозиции – 42,97 с. Анализ дифракционных картин проводился с использованием программы Slevе+ и базы данных ICDD PDF-4+.



Рисунок 26 – Дифрактометр Shimadzu XRD 7000S

2. 5 Сканирующая электронная микроскопия

Исследование микроструктуры поверхности, распределение элементов и фрактографический анализ проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Vega 3 (TESCAN, Чехия) с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС, Oxford Instruments). Изображение микроскопа представлено на рисунке 28. Ускоряющее напряжение микроскопа составило 20 кВ. Для анализа распределения элементов в полученных композитах проводилось картирование поверхности (по элементам) методом ЭДС.



Рисунок 27 – Внешний вид электронного микроскопа Vega3

2. 5 Механические испытания на изгиб

Механические испытания на изгиб были проведены на испытательной машине GOTECH AI-7000M (Pruftechnik, Германия), представленной на рисунке 29. Скорость перемещения активной траверсы составляла 0,1 мм/мин. Испытания проводились на образцах прямоугольного сечения с размерностями

18x2x1,7 мм³. В используемой оснастке для трехточечного изгиба расстояние между опорами составляло 16 мм, радиус закругления опор и пуансона составлял 1,5 мм. Расчет предела прочности на изгиб проводился по следующей формуле:

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2},$$

где P – нагрузка в момент разрушения образца, Н;

L – длина пролета между опорами, м;

b – ширина образца, м;

d – толщина образца, м.



Рисунок 28 – Испытательная машина GOTECH AI-7000M

2. 6 Измерение твердости

Твердость спеченных образцов определялась методом Виккерса на микротвердомере KB 30S (рисунок 30). Индентирование проводилось вдоль поперечного шлифа исследуемого образца при варьировании нагрузки от 0,9 до

9,8 Н в зависимости от слоя измерения для образцов ТАС_№, 2ТАС_№, 3ТАС_№ и нагрузки 9,8 Н для образцов 70-90-70 и 90-70-90, время выдержки составило 11с. Для оценки твердости вдоль поперечного шлифа ламинированных образцов ТАС_№, 2ТАС_№, 3ТАС_№ измерения проводились послойной, не менее 3 индентаций в каждом слое. При измерении образцов 70-90-70 и 90-70-90 индентирование вдоль поперечного шлифа проводилось с шагом 150 мкм не менее 3 раз.



Рисунок 30 – Микротвердомер KB 30S

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В настоящее время перспективность научного исследования определяется не столько масштабом открытия, оценить которое на первых этапах жизненного цикла высокотехнологического и ресурсоэффективного продукта бывает достаточно трудно, сколько коммерческой ценностью разработки. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов.

Целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является определение перспективности и успешности научно–технического исследования, оценка его эффективности, уровня возможных рисков, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе реализации.

Для достижения обозначенной цели необходимо решить следующие задачи:

- организовать работы по научному исследованию;
- осуществить планирование этапов выполнения исследования;
- оценить коммерческий потенциал и перспективность проведения научного исследования;
- рассчитать бюджет проводимого научно–технического исследования;
- произвести оценку социальной и экономической эффективности исследования.

Исследование посвящено получению функциональных градиентных материалов (ФГМ) методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг на основе МАХ–фаз. ФГМ являются мультифункциональными материалами, в которых путем варьирования состава и/или микроструктуры достигаются необходимые свойства. ФГМ с градиентом пористости могут быть

изготовлены для широкого спектра применений в качестве различного рода катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов и т.д.

4. 1 Предпроектный анализ

4. 1. 1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

В данном проекте сегментами рынка являются:

- Департамент архитектуры и строительства Томской области;
- Металлургические компании;
- Компании, нацеленные на производство катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов и т.д.;
- Научно–исследовательские организации, университеты.

4. 1. 2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения.

В данной научной работе анализируется возможность получения функциональных градиентных материалов с пористой структурой методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг на основе МАХ–фаз Ti_3SiC_2 .

В таблице 15 приведена оценка конкурентов, где Ф – разрабатываемый проект, k_1 – исследование по формированию ФГМ методом электронно–

лучевого синтеза, k_2 – исследование по формированию ФГМ методом горячего прессования.

Таблица 15 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		B_{ϕ}	B_{k1}	B_{k2}	K_{ϕ}	K_{k1}	K_{k2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Повышение механических характеристик композитных материалов	0,14	5	3	4	0,7	0,42	0,56
2. Скорость синтеза	0,18	4	4	4	0,72	0,72	0,72
3. Простота технической реализации синтеза	0,15	5	4	3	0,75	0,6	0,45
4. Возможность дальнейшей модификации синтезируемого продукта	0,15	4	4	4	0,6	0,6	0,6
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,12	5	4	4	0,6	0,48	0,48
2. Цена	0,14	5	3	2	0,7	0,42	0,28
3. Время	0,12	4	5	3	0,48	0,6	0,36
Итого	1	32	27	24	4,55	3,84	3,45

Критерии оценки подбираются, исходя из выбранных объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации.

Вес показателей в сумме должны составлять 1. Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 5 – наиболее сильная.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i$$

где: K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – балл i -го показателя.

При анализе конкурентных технических решений по производству ФГМ разными методами синтеза можно заметить, что конкурентоспособность данного научно–исследовательского проекта составила 4,55. В то время как у конкурентов соответствующие величины составляют 3,84 и 3,45, что говорит о конкурентоспособности научно–технической разработки по таким показателям как: повышение механических характеристик синтезируемых композитных материалов; скорость синтеза; простота технической реализации процесса синтеза и возможность дальнейшей модификации синтезируемого продукта. Однако уязвимость разрабатываемого проекта в том, что требуется больше времени на его выполнение.

4. 1. 3 SWOT–анализ

SWOT – представляет собой комплексный анализ научно–исследовательского проекта (таблица 16). Применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Анализ проводится в 3 этапа. *Первый этап* заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Таблица 16 – Матрица SWOT–анализа

Сильные стороны	Слабые стороны
С1. Невысокая стоимость исходного сырья С2. Небольшое количество мировых исследований в рамках данного научного направления С3. Возможность поведения различного родов исследований для рассмотрения механических и структурных характеристик синтезируемых материалов С4. Широкий спектр различных модификаций синтезируемого материала С5. Минимальное время спекания материала, порядка 5–10 минут	Сл1. Многоэтапный процесс подготовки исходного сырья для спекания и обработки уже спечённых образцов Сл2. Высокая стоимость технологического оборудования для синтеза и исследования полученных образцов Сл3. Для реализации всех видов исследований материалов необходимо привлечение большого массива информации

Продолжение таблицы 16

<p>Возможности В1. Расширение сферы участия в проектах, реализуемых в рамках программ ТПУ В2. Привлечение средств частных компаний, связанных с созданием или эксплуатацией композитных материалов</p>	<p>Угрозы У1. Рост стоимости исходного сырья, импортируемого из Германии У2. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства</p>
---	---

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно–исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды.

Интерактивная матрица проекта представлена в таблице 17. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «–» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «–».

Таблица 17 – Интерактивная матрица проекта

	Сильные стороны проекта					
Возможности проекта		С1.	С2.	С3.	С4.	С5.
	В1.	+	+	+	+	0
	В2.	+	+	+	0	+
	Слабые стороны проекта					
Возможности проекта		Сл1.		Сл2.		Сл3.
	В1.	–		–		+
	В2.	0		–		+
	Сильные стороны проекта					
Угрозы		С1.	С2.	С3.	С4.	С5.
	У1.	+	+	+	–	0
	У2.	–	–	–	–	–
	Слабые стороны проекта					
Угрозы		Сл1.		Сл2.		Сл3.
	У1.	–		–		–
	У2.	+		0		+

В рамках *третьего этапа* должна быть составлена итоговая матрица SWOT–анализа (таблица 18).

Таблица 18 –SWOT–анализ

	Сильные стороны	Слабые стороны
	<p>С1. Невысокая стоимость исходного сырья</p> <p>С2. Небольшое количество мировых исследований в рамках данного научного направления</p> <p>С3. Возможность проведения различного родов исследований для рассмотрения механических и структурных характеристик синтезируемых материалов</p> <p>С4. Широкий спектр различных модификаций синтезируемого материала</p> <p>С5. Минимальное время спекания материала, порядка 5–10 минут</p>	<p>Сл1. Многоэтапный процесс подготовки исходного сырья для спекания и обработки уже спечённых образцов</p> <p>Сл2. Высокая стоимость технологического оборудования для синтеза и исследования полученных образцов</p> <p>Сл3. Для реализации всех видов исследований материалов необходимо привлечение большого массива информации</p>
<p>Возможности</p> <p>В1. Расширение сферы участия в проектах, реализуемых в рамках программ ТПУ</p> <p>В2. Привлечение средств частных компаний, связанных с созданием или эксплуатацией композитных материалов</p>	<p>Публикация научных статей с результатами исследований в журналах первого и второго квартала;</p> <p>Участие в международных научных конференциях для привлечения внимания к выполненным исследованиям;</p> <p>Участие в различных конкурсах научно–исследовательских работ;</p> <p>Международные стажировки и командировки в другие страны для обмена опытом в рамках данного научного направления</p>	<p>Риск блокировки научных исследований в зарубежных научных журналах в следствии политических и других причин.</p>
<p>Угрозы</p> <p>У1. Рост стоимости исходного сырья, импортируемого из Германии</p> <p>У2. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства</p>	<p>Повышение стоимости импортного оборудования способствует повышению спроса на отечественное оборудование;</p> <p>Возможность создания дополнительных экономических отношений со странами союзниками</p>	<p>Ввиду роста стоимости и блокировки импортных комплектующих может потребоваться значительное время ожидания появления на рынке отечественного оборудования и сырья;</p>

4. 1. 4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения (или завершения).

Для этого заполнена специальную форму, содержащая показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта (таблица 19).

При проведении анализа по таблице, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При оценке степени проработанности научного проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла – выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаком, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Таблица 19 – Оценка степени готовности проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно–технический задел	5	5
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно–технического задела	3	3
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	2	3
4.	Определена товарная форма научно–технического задела для представления на рынок	4	3
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	5
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	5	4
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	3	3
8.	Разработан бизнес–план коммерциализации научной разработки	2	2
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	3	3

Продолжение таблицы 19

10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	5	5
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	2	2
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	5	5
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	5	4
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	5	5
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	5	5
16.	ИТОГО БАЛЛОВ	61	57

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i$$

где: $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению; B_i – балл по i -му показателю.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. В итоге получилось, что разработка является перспективной, а уровень имеющихся знаний у разработчика выше среднего.

По результатам оценки выделяются слабые стороны исследования, дальнейшего улучшения необходимо провести маркетинговые исследования рынков сбыта, разработать бизнес–план коммерциализации научной разработки и проработать вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок.

4. 1. 5 Методы коммерциализации результатов научно–технического исследования

Для коммерциализации результатов, проведенного исследования будут использоваться следующие методы: инжиниринг и передача интеллектуальной собственности. Инжиниринг будет предполагать предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом, другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно–технических услуг, связанных с проектированием, строительством и вводом объекта в эксплуатацию, с разработкой новых технологических процессов на предприятии заказчика. Передача интеллектуальной собственности будет производиться в уставной капитал предприятия или государства.

4. 2 Инициация проекта

Группа процессов инициации состоит из процессов, которые выполняются для определения нового проекта или новой фазы существующего.

В рамках процессов инициации определяются изначальные цели и содержание и фиксируются изначальные финансовые ресурсы. Определяются внутренние и внешние заинтересованные стороны проекта, которые будут взаимодействовать и влиять на общий результат научного проекта. Данная информация закрепляется в Уставе проекта (таблица 20).

Таблица 20 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
НИ ТПУ	Выпуск высококвалифицированных специалистов
Компании, нацеленные на производство катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов	Получение новых функциональных градиентных материалов, которые можно использовать в рамках производства катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов

В таблице 21 представлена иерархия целей проекта и критерии достижения целей.

Таблица 21 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Исследование возможности получения ФГМ с пористой структурой методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг на основе МАХ–фазы Ti_3SiC_2
Ожидаемые результаты проекта:	Получение нового инновационного материала, который может быть использован в качестве катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов
Критерии приемки результата проекта:	Синтезируемые материалы должны обладать высокими механическими и структурными характеристиками, при исследовании их методами рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной микроскопии, механической прочности
Требования к результату проекта:	Требование:
	Сборка градиентного по составу материала из прекерамической бумаги на основе МАХ–фазы Ti_3SiC_2
	Синтез подготовленных «стеков» методом искрового плазменного спекания на установке Advanced Technology SPS 10–4 при определенных режимах (температура, давление, время)
	Механическая подготовка синтезированных образцов для дальнейшего исследования
	Исследование синтезируемых образцов методами: – рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S ($CuK\alpha$ излучение); – исследование микроструктуры и элементного состава полученных образцов методом сканирующей электронной микроскопии на установке Vega 3 (Tescan, Чехия); – измерение твердости методом Виккерса на твердомере Prüftechnik KB 30S
	Проведение анализа полученных результатов
	Выявление факторов, влияющих на механические и структурные характеристики, синтезируемых ФГМ
	Публикация научных результатов

В таблице 22 представлена организационная структура проекта (роль каждого участника, их функции, трудозатраты).

Таблица 22 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудоза траты, час.
1.	Кашкаров Е.Б., к.ф.–м.н., заведующий лабораторией ЛПМОБВЭ	Рук. проекта	Консультирование, координация деятельности, определение задач, контроль выполнения, помощь в проведении экспериментов.	1550
2.	Мингазова Ю.Р., магистрант ИЯТШ	Исполни тель по проекту	Анализ литературных источников, подготовка образцов, проведение экспериментов, анализ экспериментальных данных, написание работы	2600
ИТОГО:				4150

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а также «границы проекта» – параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованы в рамках данного проекта (таблица 23).

Таблица 23 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	4 192 252
3.1.1. Источник финансирования	НИ ТПУ
3.2. Сроки проекта:	01.09.2020–31.05.2022
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	15.09.2020
3.2.2. Дата завершения проекта	31.05.2022

4.3 Планирование управления научно–техническим проектом

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения данных целей.

План управления научным проектом должен включать в себя следующие элементы:

- иерархическая структура работ проекта;
- контрольные события проекта;

- план проекта;
- бюджет научного исследования.

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта (рисунок 39).



Рисунок 39 – Иерархическая структура работ

4. 3. 2 План проекта

В рамках планирования научного проекта построены календарный график проекта (таблица 24, 25).

Таблица 24 – Календарный план проекта

Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
Утверждение темы магистерской диссертации	7	01.09.20	07.09.20	Кашкаров Е.Б., Мингазова Ю.Р.
Согласование плана работ	7	08.09.20	15.09.20	Кашкаров Е.Б., Мингазова Ю.Р.
Литературный обзор	145	16.09. 20	07.02.21	Мингазова Ю.Р.
Проведение экспериментов, обработка и обсуждение результатов	266	08.02.21	31.10.21	Кашкаров Е.Б., Мингазова Ю.Р.
Написание отчета	212	01.11.21	31.05.22	Мингазова Ю.Р.
Итого:	638			

Таблица 25 – Календарный план график проведения НИОКР по теме

Наименование этапа	Т, дней	2020				2021												2022					
		Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май	Июнь	Июль	Август	Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май	
Утверждение темы магистерской диссертации	7																						
Согласование плана работ	7																						
Литературный обзор	145																						
Проведение экспериментов, обработка и обсуждение результатов	266																						
Написание отчета	212																						



– Мингазова Ю.Р.



– Мингазова Ю.Р, Кашкаров Е.Б

4. 4 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета, планируемые затраты сгруппированы по статьям. В данном исследовании выделены следующие статьи:

1. Сырье, материалы;
2. Специальное оборудование для научных работ;
3. Заработная плата;
4. Отчисления на социальные нужды;
5. Научные и производственные командировки;
6. Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями;
7. Накладные расходы.

Сырье и материалы. Расчёт материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта (таблица 26).

Таблица 26 – Расчет затрат по статье «Сырье и материалы»

Наименование	Количество, шт.	Цена за единицу, руб	Сумма, руб
Прекерамическая бумага с порошковым наполнителем на основе МАХ–фазы Ti_3SiC_2 (формат А4)	3	1060	3180
Бумага наждачная зернистость 320	3	56	168
Бумага наждачная, зернистость 600	3	40	120
Бумага наждачная, зернистость 1500	3	31	93
Бумага наждачная, зернистость 2000	3	43	129
Перчатки одноразовые	5	1,5	7,5
Халат	1	1200	1200

Продолжение таблицы 26

	Наименование	Время работы оборудования, час	Потребляемая мощность, кВт	Цена за 1 кВт·ч	Сумма, руб
Энергия	ПК	1175	3	3.85	13571.25
	Установка Advanced Technology SPS 10–4	1	40		2089,98
	Шлифовальная машинка	2	2		15,4
	Дифрактометр Shimadzu XRD 7000S	1	3		11,55
	Микроскоп Vega 3	1	0,015		0,06
	Твердомер Prüftechnik KB 30S	3	1		11,55
	Всего				18661,31
Транспортно–заготовительные расходы (3%)					559,84
Итого по статье					19221,15

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ. В данную статью включены все затраты, связанные с приобретением специального оборудования, необходимого для проведения работ по теме НИР (таблица 27). Как видно из таблицы, итоговые затраты составили всего 2 813 990,00 руб., так как установка Advanced Technology SPS 10–4, дифрактометр Shimadzu XRD 7000S и Микроскоп Vega 3 были закуплены ранее и предоставлялись в бесплатное пользование на базе НИ ТПУ.

Таблица 27 – Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

№ п/п	Наименование оборудования	Кол–во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1	Персональный компьютер	1	50 000,0	50000,0
2	Программное обеспечение MicrosoftOffice	1	5 990,0	5990,0
3	Установка Advanced Technology SPS 10–4	1	18 601 000,0	0
4	Шлифовальная машинка	1	168 000,0	168 000,0
5	Дифрактометр Shimadzu XRD 7000S	1	2 113 984,0	0
6	Микроскоп Vega 3	1	50 000 000,0	0
7	Твердомер Prüftechnik 30S	1	2 590 000,0	2 590 000,0
Итого, руб.:				2 813 990,00

Расчет основной заработной платы. В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно–технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы оплаты труда. Расчет основной заработной платы сводится в таблице 28.

$$C_{зп} = З_{осн} + З_{доп}$$

где $З_{осн}$ – основная заработная плата;

$З_{доп}$ – дополнительная заработная плата

Основная заработная плата ($З_{осн}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$З_{осн} = З_{дн} \cdot T_{раб}$$

где $З_{осн}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{раб}$ – продолжительность работ, выполняемых научно–техническим работником, раб. дн.;

$З_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$З_{дн} = \frac{З_{м} \cdot M}{F_{д}}$$

где: $З_{м}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дня $M = 11,2$ месяца, 5–дневная неделя;

при отпуске в 48 раб. дней $M = 10,4$ месяца, 6–дневная неделя;

$F_{д}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно–технического персонала, раб. дн.

Расчет заработной платы научно – производственного и прочего персонала проекта проводили с учетом работы 2–х человек – научного

руководителя и исполнителя. Баланс рабочего времени исполнителей представлен в таблице 28.

Таблица 28 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Магистрант
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней	99	99
– выходные дни	14	14
– праздничные дни		
Потери рабочего времени	24	24
– отпуск	14	14
– невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	212	212

Месячный должностной оклад работника:

$$З_m = З_б * (k_{пр} + k_д) * k_p, \text{ где}$$

$З_б$ – базовый оклад, руб.; $k_{пр}$ – премиальный коэффициент (определяется Положением об оплате труда); $k_д$ – коэффициент доплат и надбавок; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 29.

Таблица 29 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$З_б$, руб.	$k_{пр}$	$k_д$	k_p	$З_m$, руб.	$З_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$З_{осн}$, руб.
Руководитель	26116	1	0,02	1,3	34629,82	1829,50	212	387854
Магистрант	7040	–	–	1,3	9335,04	493,17	212	104552

Дополнительная заработная плата научно–производственного персонала. В данную статью включается сумма выплат, предусмотренных законодательством о труде, например, оплата очередных и дополнительных отпусков; оплата времени, связанного с выполнением государственных и

общественных обязанностей; выплата вознаграждения за выслугу лет и т.п. (в среднем – 12 % от суммы основной заработной платы).

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10–15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = Z_{\text{осн}} * k_{\text{доп}}, \text{ где}$$

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты;

$Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

В таблице 30 приведена форма расчёта основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 30 – Заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Магистрант
Основная зарплата	387854	104552
Дополнительная зарплата	58178,1	15682,8
Итого по статье $C_{\text{зп}}$	446032,1	120234,8

Отчисления на социальные нужды. Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} * (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \text{ где}$$

$k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчисления на уплату во внебюджетные фонды.

На 2022 г. в соответствии с Федеральным законом №212–ФЗ установлен размер страховых взносов равный 30%.

Отчисления на социальные нужды со стороны руководителя составляют:

$$C_{\text{внеб}} = 0,3 * 446032,1 = 133809,63 \text{ рублей}$$

Отчисления на социальные нужды со стороны магистранта составляют:

$$C_{\text{внеб}} = 0,3 * 96895,6 = 36070,44 \text{ рублей}$$

Тогда общие отчисления составят 169880,07 рублей

Научные и производственные командировки. В эту статью включаются расходы по командировкам научного и производственного персонала,

связанного с непосредственным выполнением конкретного проекта, величина которых принимается в размере 10% от основной и дополнительной заработной платы всего персонала, занятого на выполнении данной темы.

Затраты на научные и производственные командировки составляют 56626,69 руб.

Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями. Контрагентные расходы в данной работе отсутствовали

Накладные расходы. Расчет накладных расходов провели по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{рук}} + Z_{\text{маг}}) = 0,8 \cdot (446032 + 120234,8) = 566266,9$$

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов принят 0,8.

Общие затраты проекта приведены в таблице 31

Таблица 31 – Затраты научно–исследовательской работы

Вид исследования	Затраты по статьям									
	Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Доп–ая заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Научные и производственные командировки	Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями	Прочие прямые расходы	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
Данное исследование	19 221,2	2 813 990	492 406	73 860,9	169 880,1	56 626,7	–	–	566 266,9	4 192 251,7
Аналог	51231	29244834	527110	79066,5	181853,0	60617,7	–	–	484941,2	30629653,3

4. 5 Операционные затраты

Операционные затраты будут вычислены по следующей формуле:

Опер. затр. = сырьё + амортизация + ЗП(осн + доп) +
соц. отч. + науч. ком. + контр. расх. + накл. расх = 19 221,15 + 89 026,39 +
566 266,9 + 169 880,07 + 56 626,69 + 566 266,9 = 1 467 288,099 рублей ,
что составляет 35% от себестоимости проекта.

Амортизация научного оборудования вычислялась по следующему принципу.

Срок полезного использования оборудования составлял 10 лет, поэтому норма амортизации составляет:

$$H_a = \frac{100\%}{10} = 10\%$$

где H_a – норма амортизации в процентах.

Первоначальная стоимость оборудования составляла 890 263 рублей. Из этого следует, что годовая сумма амортизации составляет:

$$C_{\text{перв.}} = \frac{C_{\text{об}} \cdot H_a}{100} = \frac{890\,263 \cdot 10}{100} = 89\,026,39 \text{ руб}$$

5. 6. 1 Организационная структура проекта

Данный проект представлен в виде проектной организационной структуры. Проектная организационная структура проекта представлена на рисунке 40.



Рисунок 40 – Проектная структура проекта

4.6.2 План управления коммуникациями проекта

План управления коммуникациями отражает требования к коммуникациям со стороны участников проекта (таблица 32).

Таблица 32 – План управления коммуникациями

№ п/п	Какая информация передается	Кто передает информацию	Кому передается информация	Когда передает информацию
1.	Статус проекта	Исполнитель	Руководителю	Еженедельно (понедельник)
2.	Обмен информацией о текущем состоянии проекта	Исполнитель	Руководителю	Ежемесячно (конец месяца)
3.	Документы и информация по проекту	Исполнитель	Руководителю	Не позже сроков графиков и к. точек
4.	О выполнении контрольной точки	Исполнитель	Руководителю	Не позже дня контрольного события по плану управления

4.6.3 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты.

Информация по возможным рискам сведена в таблицу 33.

Таблица 33 – Реестр рисков

№	Риск	Вероятность наступления	Влияние риска	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
1	Рост стоимости исходного сырья, импортируемого из Германии	5	5	Высокий	Замещение импорта	Политические
2	Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	4	5	Высокий	Участие в научных конференциях и публикация научных статей	Политика внутреннего финансирования науки

4.7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности

4.7.1 Оценка абсолютной эффективности исследования

В основе проектного подхода к инвестиционной деятельности предприятия лежит принцип денежных потоков. Особенностью является его прогнозный и долгосрочный характер, поэтому в применяемом подходе к анализу учитываются фактор времени и фактор риска. Для оценки общей экономической эффективности используются следующие основные показатели:

- чистая текущая стоимость (NPV);
- индекс доходности (PI);
- внутренняя ставка доходности (IRR);
- срок окупаемости (DPP).

Чистая текущая стоимость (NPV) – это показатель экономической эффективности инвестиционного проекта, который рассчитывается путём дисконтирования (приведения к текущей стоимости, т.е. на момент инвестирования) ожидаемых денежных потоков (как доходов, так и расходов).

Расчёт NPV осуществляется по следующей формуле:

$$NPV = \sum_{t=1}^n \frac{ЧДП_{опt}}{(1+i)^t} - I_0$$

где: ЧДП_{опt} – чистые денежные поступления от операционной деятельности;

I_0 – разовые инвестиции, осуществляемые в нулевом году;

t – номер шага расчета ($t= 0, 1, 2 \dots n$)

n – горизонт расчета;

i – ставка дисконтирования (желаемый уровень доходности инвестируемых средств).

Расчёт NPV позволяет судить о целесообразности инвестирования денежных средств. Если $NPV > 0$, то проект оказывается эффективным.

Расчет чистой текущей стоимости представлен в таблице 34. При расчете рентабельность проекта составляла **25 %**, норма амортизации 1.

Таблица 34 – Расчет чистой текущей стоимости по проекту в целом

№	Наименование показателей	Шаг расчета					
		0	1	2	3	4	5
1	Выручка от реализации, руб.	0	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6
2	Итого приток, руб.	0	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6	5 240 314,6
3	Инвестиционные издержки, руб.	– 4 192 251,7	0	0	0	0	0
4	Операционные затраты, руб. (35% от бюджета)	0	1 467 288,1	1 467 288,1	1 467 288,1	1 467 288,1	1 467 288,1
5	Налогооблагаемая прибыль(1–4)	0	3 773 026,5	3 773 026,5	3 773 026,5	3 773 026,5	3 773 026,5
6	Налоги 20 %, руб.(5*20%)	0	754 605,3	754 605,3	754 605,3	754 605,3	754 605,3
8	Чистая прибыль, руб.(5–6)	0	3 018 421,2	3 018 421,2	3 018 421,2	3 018 421,2	3 018 421,2
9	Чистый денежный поток (ЧДП), руб.(чистая прибыль+амортизация)	– 4 192 251,7	3 107 447,6	3 107 447,6	3 107 447,6	3 107 447,6	3 107 447,6
10	Коэффициент дисконтирования при $i=10\%$ (КД)	1	<u>0,91</u>	<u>0,83</u>	<u>0,75</u>	<u>0,68</u>	<u>0,62</u>
11	Чистый дисконтированный денежный поток (ЧДД), руб.(9*10)	– 4 192 251,7	2 824 952,4	2 568 138,5	2 334 671,4	2 122 428,5	1 929 480,5
12	Σ ЧДД				7 587 419,5		
12	Итого NPV, руб.				3 395 167,8		

Коэффициент дисконтирования рассчитан по формуле:

$$КД = \frac{1}{(1 + i)^t}$$

где: i – ставка дисконтирования, 10 %;

t – шаг расчета.

Таким образом, чистая текущая стоимость по проекту в целом составляет 3 395 167,8 рублей, что позволяет судить об его эффективности.

Индекс доходности (PI) – показатель эффективности инвестиции, представляющий собой отношение дисконтированных доходов к размеру инвестиционного капитала. Данный показатель позволяет определить инвестиционную эффективность вложений в данный проект. Индекс доходности рассчитывается по формуле:

$$PI = \sum_{t=1}^n \frac{ЧДП_t}{(1+i)^t} / I_0 > 1$$

где: ЧДД – чистый денежный поток, руб.;

I_0 – начальный инвестиционный капитал, руб.

Таким образом PI для данного проекта составляет:

$$PI = \frac{7\,587\,419,5}{4\,192\,251,7} = 1.8$$

Так как $PI > 1$, то проект является эффективным.

Внутренняя ставка доходности (IRR). Значение ставки, при которой обращается в нуль, носит название «внутренней ставки доходности» или IRR. Формальное определение «внутренней ставки доходности» заключается в том, что это та ставка дисконтирования, при которой суммы дисконтированных притоков денежных средств равны сумме дисконтированных оттоков или =0. По разности между IRR и ставкой дисконтирования i можно судить о запасе экономической прочности инвестиционного проекта. Чем ближе IRR к ставке дисконтирования i , тем больше риск от инвестирования в данный проект.

Между чистой текущей стоимостью (NPV) и ставкой дисконтирования (i) существует обратная зависимость. Эта зависимость представлена в таблице 35 и на рисунке 41.

Таблица 35 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

№	Наименование показателя	0	1	2	3	4	NPV, руб.
1	Чистые денежные потоки, руб.	– 4192251,7	3107447,6	3107447,6	3107447,6	3107447,6	
2	Коэффициент дисконтирования						
	0,1	1	0,909	0,826	0,751	0,683	
	0,2	1	0,833	0,694	0,578	0,482	
	0,3	1	0,769	0,592	0,455	0,350	
	0,4	1	0,714	0,510	0,364	0,260	
	0,5	1	0,667	0,444	0,295	0,198	
	0,6	1	0,625	0,390	0,244	0,153	
	0,7	1	0,588	0,335	0,203	0,112	
	0,8	1	0,556	0,309	0,171	0,095	
	0,9	1	0,526	0,277	0,146	0,077	
	1	1	0,500	0,250	0,125	0,062	
3	Дисконтированный денежный поток, руб.						
	0,1	– 4192251,7	2824669,9	2566751,7	2333693,2	2122386,7	5655249,7
	0,2	– 4192251,7	2588503,9	2156568,6	1796104,7	1497789,7	3846715,2
	0,3	– 4192251,7	2389627,2	1839609,0	1413888,7	1087606,7	2538479,8
	0,4	– 4192251,7	2218717,6	1584798,3	1131110,9	807936,4	1550311,5
	0,5	– 4192251,7	2072667,6	1379706,7	916697,0	615274,6	792094,3
	0,6	– 4192251,7	1942154,8	1211904,6	758217,2	475439,5	195464,3
	0,7	– 4192251,7	1827179,2	1040995,0	630811,9	348034,1	–345231,6
	0,8	– 4192251,7	1727740,9	960201,3	531373,5	295207,5	–677728,5
	0,9	– 4192251,7	1634517,4	860763,0	453687,4	239273,5	– 1004010,5
	1,0	– 4192251,7	1553723,8	776861,9	388431,0	192661,8	– 1280573,3

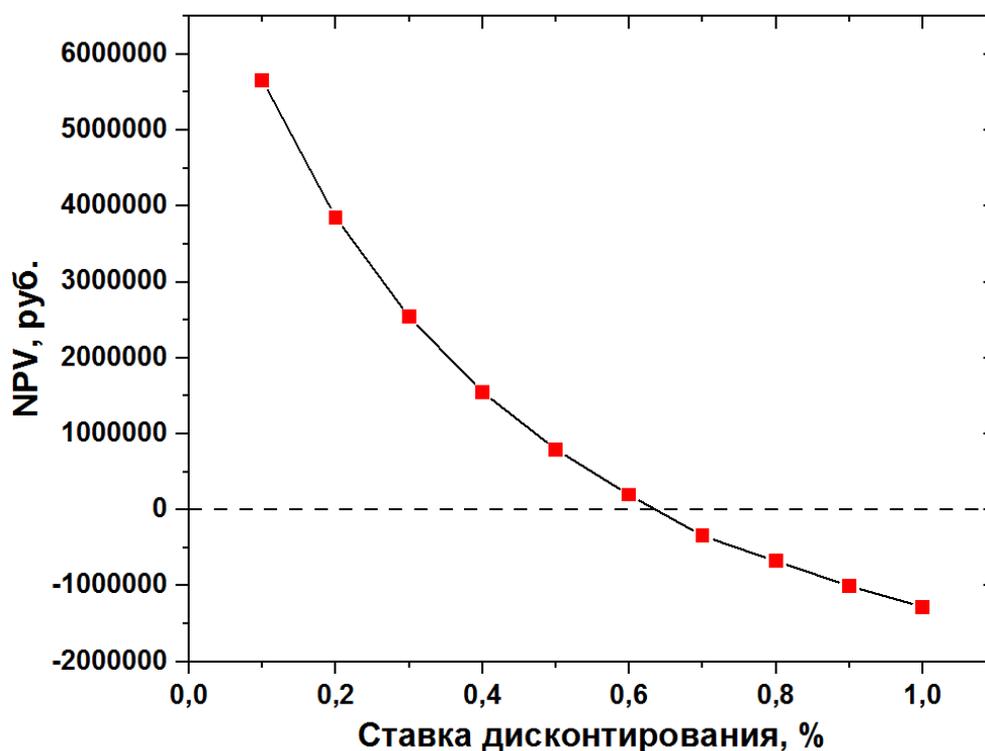


Рисунок 41 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

Из таблицы и графика следует, что по мере роста ставки дисконтирования чистая текущая стоимость уменьшается, становясь отрицательной. Значение ставки, при которой NPV обращается в нуль, носит название «внутренней ставки доходности» или «внутренней нормы прибыли». Из графика получаем, что IRR составляет 0,64.

$IRR > i$, проект эффективен.

Запас экономической прочности проекта: $64\% - 10\% = 54\%$.

Дисконтированный срок окупаемости. Как отмечалось ранее, одним из недостатков показателя простого срока окупаемости является игнорирование в процессе его расчета разности ценности денег во времени.

Этот недостаток устраняется путем определения дисконтированного срока окупаемости. То есть это время, за которое денежные средства должны совершить оборот.

Наиболее приемлемым методом установления дисконтированного срока окупаемости является расчет кумулятивного (нарастающим итогом) денежного потока (таблица 36).

Таблица 36 – Дисконтированный срок окупаемости

№	Наименование показателя	Шаг расчета					
		0	1	2	3	4	5
1	Дисконтированный чистый денежный поток ($i = 0,20$), руб.	– 4192251,7	2824952,4	2568138,5	2334671,4	2122428,5	1929480,5
2	То же нарастающим итогом, руб.	– 4192251,7	–1367299,3	1200839,2	3535510,6	5657939,1	7587419,6
3	Дисконтированный срок окупаемости	$DP_{дск} = 1 + (1367299,3 / 2568138,5) = 1,5$ года					

Социальная эффективность научного проекта учитывает социально–экономические последствия осуществления научного проекта для общества в целом или отдельных категорий населения или групп лиц, в том числе как непосредственные результаты проекта, так и «внешние» результаты в смежных секторах экономики: социальные, экологические и иные внеэкономические эффекты (таблица 37).

Таблица 37 – Критерии социальной эффективности

ДО	ПОСЛЕ
Проблема синтеза материалов, механические и структурные свойства которых, отвечают требованиям использования их в качестве катализаторов, теплообменников, фильтрующих элементов и т.д.	Впервые получены новые инновационные ФГМ, отвечающие заявленным требованиям

4. 7. 2 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его

нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по следующей формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}$$

где: $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по следующей формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i$$

где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности приведен в форме таблицы (таблице 38).

Таблица 38 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Выход продукта)	0,20	5	5	4
2. Удобство в эксплуатации	0,15	5	3	3
3. Надежность	0,15	4	4	4
4. Безопасность	0,15	4	3	4
5. Простота эксплуатации	0,15	5	4	5
6. Возможность автоматизации данных	0,20	5	4	5
Итого	1	28	23	25

$$I_m^p = 5 \cdot 0,20 + 5 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,20 = 4,7$$

$$I_1^A = 5 \cdot 0,20 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,20 = 3,9$$

$$I_2^A = 4 \cdot 0,20 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,20 = 4,2$$

Интегральный показатель эффективности разработки $I_{финр}^p$ и аналога $I_{финр}^a$ определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p}; I_{финр}^a = \frac{I_m^a}{I_\phi^a}$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле:

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^p}{I_{\text{финр}}^a}$$

где: $\mathcal{E}_{\text{ср}}$ – сравнительная эффективность проекта;

$I_{\text{финр}}^p$ – интегральный показатель разработки;

$I_{\text{финр}}^a$ – интегральный технико–экономический показатель аналога.

Сравнительная эффективность разработки по сравнению с аналогами представлена в таблице 39.

Таблица 39 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Разработка	Аналог 1	Аналог 2
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,18	0,16	0,16
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,50	3,85	4,00
3	Интегральный показатель эффективности	23,12	22,83	23,03
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,02	1,01	1,0

Выводы: Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять, что разработанный вариант проведения проекта является наиболее эффективным при решении поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

В ходе выполнения раздела финансового менеджмента определена чистая текущая стоимость, (NPV), равная 3 395 167,8 руб.; индекс доходности $PI = 1,8$, внутренняя ставка доходности $IRR=64\%$, срок окупаемости $PP_{\text{дск}}=1,5$ года.

Таким образом мы имеем ресурсоэффективный проект с высоким запасом финансовой прочности и коротким сроком окупаемости.

5 Социальная ответственность

Социальная ответственность – ответственность отдельного ученого и научного сообщества перед обществом. Первостепенное значение при этом имеет безопасность применения технологий, которые создаются на основе достижений науки, предотвращение или минимизация возможных негативных последствий их применения, обеспечение безопасного как для испытуемых, как и для окружающей среды проведения исследований.

В данной работе производился синтез ламинированных металлокерамических материалов из прекерамической бумаги на основе МАХ-фазы $Ti_3Al(Si)C_2$ и металлической фольги Nb. Спекание и исследование свойств, полученных образцов, проводилось в несколько этапов. Первым этапом в работе являлся процесс подготовки исходного сырья. Вторым этапом – это спекание собранных «стэков» методом искрового плазменного спекания на установке Advanced Technology SPS 10-4 при температуре 1250 °С и давлении 50 МПа. Третий этап – механическая обработка полученных образцов методом шлифовки и полировки. Четвертый этап – исследование фазового состава образцов на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S, рассмотрение микроструктуры на установке Vega 3, механические испытания на разрывной машине GOTECH AI-7000M и измерение твердости на микротвердомере КВ 30S.

Раздел включает в себя оценку условий труда на рабочем месте, анализ вредных и опасных факторов труда, разработку мер защиты от них.

5. 1 Производственная безопасность

5. 1. 1 Отклонение показателей микроклимата в помещении

Микроклимат производственных помещений – это климат внутренней среды этих помещений, который определяется действующими на организм

сочетаниями температуры, влажности и скорости движения воздуха, а также температуры окружающих поверхностей. Оптимальные микроклиматические условия обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены, не вызывают отклонений в состоянии здоровья и создают предпосылки для высокой работоспособности.

Допустимые значения параметров микроклимата по СанПиН 1.2.3685-21 [62] приведены в таблице 40.

Таблица 40 – Допустимые нормы микроклимата

Период года	Температура воздуха, С°		Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
	Нижняя допустимая граница	Верхняя допустимая граница		
Холодный	15	23	20-80	0,1-0,3
Теплый	18	28	15-75	<0,5

Общая площадь рабочего помещения составляет 24 м², объем составляет 72 м³. По СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [63] санитарные нормы составляют 6,5 м² и 20 м³ объема на одного человека. Исходя из приведенных выше данных, можно сказать, что количество рабочих мест соответствует размерам помещения по санитарным нормам.

После анализа габаритных размеров рассмотрим микроклимат в этой комнате. В качестве параметров микроклимата рассмотрим температуру, влажность воздуха, скорость ветра.

В помещении осуществляется естественная вентиляция посредством наличия легко открываемого оконного проема (форточки), а также дверного проема. По зоне действия такая вентиляция является общеобменной. Основной недостаток – приточный воздух поступает в помещение без предварительной очистки и нагревания. Согласно нормам, объем воздуха необходимый на одного человека в помещении без дополнительной

вентиляции должен быть более 40 м³ [63]. В нашем случае объем воздуха на одного человека составляет 72 м³, из этого следует, что дополнительная вентиляция не требуется. Параметры микроклимата поддерживаются в холодное время года за счет систем водяного отопления с нагревом воды до 100°С, а в теплое время года – за счет кондиционирования, с параметрами согласно [64]. Нормируемые параметры микроклимата, ионного состава воздуха, содержания вредных веществ должны соответствовать требованиям [65].

5. 1. 2 Превышение уровней шума

Шум – это механические колебания, распространяющиеся в газообразной и твердой средах, которые в условиях производства оказывают неблагоприятное воздействие на здоровье человека.

Шум может создать стрессовую ситуацию для сотрудников, в ходе которой возможны сложные изменения в нервной системе. Эти изменения сопровождаются бессонницей, нервозностью, сонливостью, ухудшением памяти. Люди, работающие в условиях шума, чувствуют постоянную усталость, их одолевают головные боли и головокружения. Для измерения характеристики шума на производстве существуют специальные приборы – шумомеры и анализаторы частоты шума. Уровень шума на рабочем месте не должен превышать 82 дБ по СанПиН 2.2.4/2.1.8.562 [66].

В научно-исследовательской лаборатории источниками шума являются:

- установка искрового плазменного спекания (ИПС);
- вытяжная вентиляция лаборатории;
- шлифовальная машина;
- разрывная машина.

При значениях выше допустимого уровня необходимо предусмотреть средства индивидуальной защиты (СИЗ) и средства коллективной защиты (СКЗ) от шума.

Средства коллективной защиты:

1. устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования;
2. изоляция источников шума от окружающей среды (применение глушителей, экранов, звукопоглощающих строительных материалов: шамотный кирпич);
3. применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения;

Средства индивидуальной защиты: применение спецодежды и защитных средств органов слуха (наушники, беруши, антифоны).

5. 1. 3 Повышенный уровень электромагнитных излучений

Источником электромагнитных излучений в лаборатории ЛПМОБВЭ являются дисплеи ПЭВМ. Монитор компьютера включает в себя излучения рентгеновской, ультрафиолетовой и инфракрасной области, а также широкий диапазон электромагнитных волн других частот.

Согласно СанПиН 2.2.4.3359-16 напряженность электрического и магнитного поля при воздействии в течение всей смены составляет 500 В/м и 50 А/м соответственно для полей частоты 10-30 кГц [67]. В ходе работы использовалась ПЭВМ типа со следующими характеристиками: напряженность электромагнитного поля 2,5 В/м; поверхностный потенциал составляет 450 В (основы противопожарной защиты предприятий ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010 – 76) [68,69].

При длительном постоянном воздействии электромагнитного поля (ЭМП) радиочастотного диапазона при работе на ПЭВМ у человеческого организма сердечно-сосудистые, респираторные и нервные расстройства, головные боли, усталость, ухудшение состояния здоровья, гипотония, изменения сердечной мышцы проводимости. Тепловой эффект ЭМП

характеризуется увеличением температуры тела, локальным селективным нагревом тканей, органов, клеток за счет перехода ЭМП на теплую энергию.

Предельно допустимые уровни облучения (по *ОСТ 54 30013-83*):

а) до 10 мкВт/см², время работы (8 часов);

б) от 10 до 100 мкВт/см², время работы не более 2 часов;

в) от 100 до 1000 мкВт/см², время работы не более 20 мин. при

условии

пользования защитными очками;

г) для населения в целом ППМ не должен превышать 1 мкВт/см².

Защита человека от опасного воздействия электромагнитного излучения осуществляется следующими способами:

– средства коллективной защиты (защита временем; защита расстоянием; снижение интенсивности излучения непосредственно в самом источнике излучения; экранирование источника с заземлением; защита рабочего места от излучения);

– средства индивидуальной защиты (очки, стекло которых закрыто пленкой золота или олова и специальная диэлектрическая одежда).

При этом следует отметить, что использование СИЗ возможно при кратковременных работах и является мерой аварийного характера. Ежедневная защита обслуживающего персонала должна обеспечиваться другими средствами.

5. 1. 4 Поражение электрическим током

К опасным факторам можно отнести наличие в помещении большого количества аппаратуры, использующей однофазный электрический ток напряжением 220 В и частотой 50 Гц. По опасности электропоражения комната относится к помещениям без повышенной опасности, так как отсутствует повышенная влажность, высокая температура, токопроводящая

пыль и возможность одновременного соприкосновения токоведущих элементов с заземленными металлическими корпусами оборудования [70].

Лаборатория относится к помещению с без повышенной опасностью поражения электрическим током. Безопасными номиналами являются: $I < 0,1$ А; $U < (2-36)$ В; $R_{\text{зазем}} < 4$ Ом. В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений (кожухов, крышек, сеток и т.д.), расположения токоведущих частей на недоступной высоте.

Каждому необходимо знать меры медицинской помощи при поражении электрическим током. В любом рабочем помещении необходимо иметь медицинскую аптечку для оказания первой медицинской помощи.

Для защиты от поражения электрическим током используют СИЗ и СКЗ.

Средства коллективной защиты:

- заземление источников электрического тока;
- использование щитов, барьеров, клеток, ширм, а также заземляющих и шунтирующих штанг, специальных знаков и плакатов, для исключения возможности прикосновения к токопроводящим магистралям.

Средства индивидуальной защиты: использование диэлектрических перчаток, изолирующих клещей и штанг, слесарных инструментов с изолированными рукоятками, указатели величины напряжения, калоши, боты, подставки и коврики.

5. 1. 5 Недостаточная освещенность рабочей зоны

Согласно СНиП 23-05-95 [71] в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при

постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 300 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Расчёт общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отражённый от потолка и стен. Длина помещения $A = 6$ м, ширина $B = 5$ м, высота = 3,5 м. Высота рабочей поверхности над полом $h_p = 1,0$ м. Согласно СНиП 23-05-95 необходимо создать освещенность не ниже 300 Лк, в соответствии с разрядом зрительной работы.

Площадь помещения:

$$S = A \times B,$$

где A – длина, м;

B – ширина, м.

$$S = 6 \times 5 = 30 \text{ м}^2$$

Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_3=1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z=1,1$.

Выбираем лампу дневного света ЛД-40, световой поток которой равен $\Phi_{ЛД} = 2600$ Лм.

Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОДОР-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1227 мм, ширина – 265 мм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda=1,1$, расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,5$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_{\text{п}} - h_{\text{рп}},$$

где $h_{\text{п}}$ – высота светильника над полом, высота подвеса (м);

$h_{\text{рп}}$ – высота рабочей поверхности над полом.

Наименьшая допустимая высота подвеса над полом для двухламповых светильников ОДОР: $h_{\text{п}} = 3,5$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = H - h_p - h_c = 3,5 - 1 - 0,5 = 2 \text{ м.}$$

Из формулы:

$$\Phi_{\text{л}} = \frac{E \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta}$$

находим число ламп:

$$N = \frac{E \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{\Phi_{\text{л}} \cdot \eta}.$$

η определяется через индекс помещения по формуле:

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{6 \cdot 5}{2 \cdot (6 + 5)} = 1,4.$$

Коэффициент использования светового потока, показывающий какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность, для светильников типа ОДОР с люминесцентными лампами при $\rho_{\text{п}} = 70 \%$, $\rho_{\text{с}} = 50\%$ и индексе помещения $i = 1,4$ равен $\eta = 0,47$.

Тогда количество ламп будет равно:

$$N = \frac{E \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{\Phi_{\text{л}} \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 30 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{2600 \cdot 0,47} = 12 \text{ ламп.}$$

12 ламп, т.е. это 6 светильников.

Из условий равномерности освещения определяем расстояния L_1 и $L_1/3$ и L_2 и $L_2/3$ по следующим уравнениям:

$$6000 = 2 \cdot L_1 + \frac{2}{3} \cdot L_1 + 3 \cdot 1227;$$

$$L_1 = 870 \text{ мм}; \quad \frac{L_1}{3} = 290 \text{ мм.}$$

$$5000 = L_2 + \frac{2}{3} \cdot L_2 + 2 \cdot 265;$$

$$L_2 = 2682 \text{ мм}; \quad \frac{L_2}{3} = 894 \text{ мм.}$$

На рисунке 42 изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

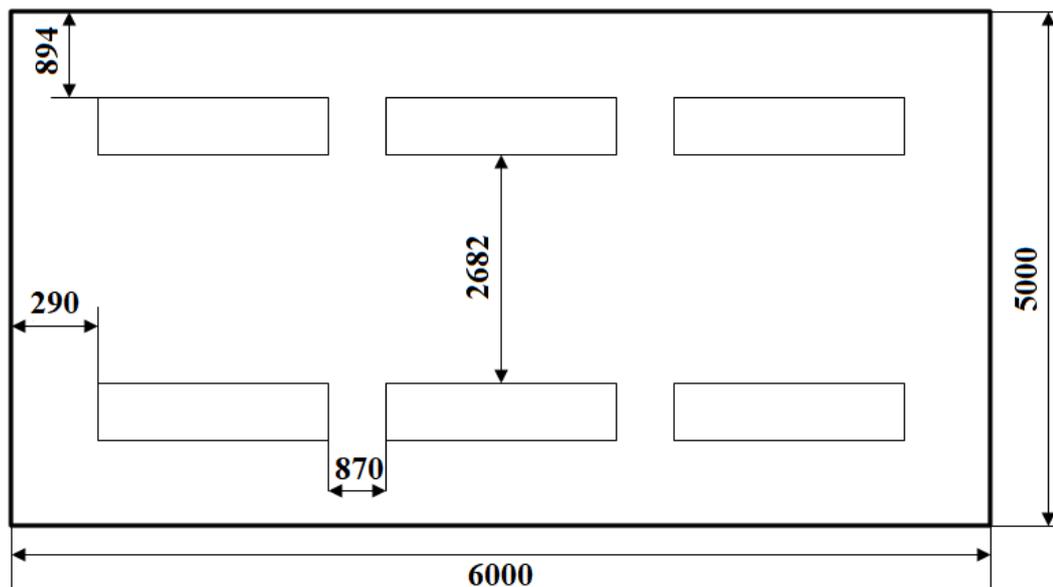


Рисунок 42 – План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами

Потребный световой поток люминесцентной лампы определяется по формуле:

$$\Phi_{\text{л}} = \frac{E \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 30 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{12 \cdot 0,47} = 2633 \text{ Лк.}$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{лд}} - \Phi_{\text{п}}}{\Phi_{\text{лд}}} \cdot 100\% \leq 20\%;$$

$$\frac{\Phi_{\text{лд}} - \Phi_{\text{п}}}{\Phi_{\text{лд}}} \cdot 100\% = \frac{2600 - 2633}{2600} \cdot 100\% = -1,3\%.$$

Таким образом, мы получили, что необходимый световой поток не выходит за пределы требуемого диапазона. Теперь рассчитаем мощность осветительной установки:

$$P = 12 \cdot 40 = 480 \text{ Вт.}$$

5. 1. 6 Пожарная опасность

По взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В1-В4, Г и Д.

Согласно НПБ 105-03 [72] лаборатория относится к категории В – горючие и трудно горючие жидкости, твердые горючие и трудно горючие вещества и материалы, вещества и материалы, способные при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом только гореть, при условии, что помещения, в которых находится, не относятся к категории наиболее опасных А или Б.

По степени огнестойкости данное помещение относится к 1-й степени огнестойкости по СНиП 21-01-97 (выполнено из кирпича, которое относится к трудносгораемым материалам).

Возникновение пожара при работе с электронной аппаратурой может быть по причинам как электрического, так и неэлектрического характера.

К причинам возникновения пожара неэлектрического характера относится халатное неосторожное обращение с огнем (курение, оставленные без присмотра нагревательные приборы, использование открытого огня).

Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, искрение и электрические дуги, статическое электричество и т. п.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды.

Огнетушители водо-пенные (ОХВП-10) используют для тушения очагов пожара без наличия электроэнергии. Углекислотные (ОУ-2) и порошковые огнетушители предназначены для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Для тушения токоведущих частей и электроустановок применяется переносной порошковый огнетушитель, например, ОП-5.

В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений на высоте не более 1,35 м. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

Для предупреждения пожара и взрыва необходимо предусмотреть:

1. специальные изолированные помещения для хранения и разлива легковоспламеняющихся жидкостей (ЛВЖ), оборудованные приточно-вытяжной вентиляцией во взрывобезопасном исполнении;

2. специальные помещения (для хранения в таре пылеобразной канифоли), изолированные от нагревательных приборов и нагретых частей оборудования;

3. первичные средства пожаротушения на производственных участках (передвижные углекислые огнетушители, пенные огнетушители, ящики с песком, войлок, кошма или асбестовое полотно);

4. автоматические сигнализаторы (типа СВК ЗМ-1) для сигнализации о присутствии в воздухе помещений предвзрывных концентраций горючих паров растворителей и их смесей.

Лаборатория полностью соответствует требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана

эвакуации, изображенного на рисунке 43, порошковых огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к запасному (эвакуационному) выходу.

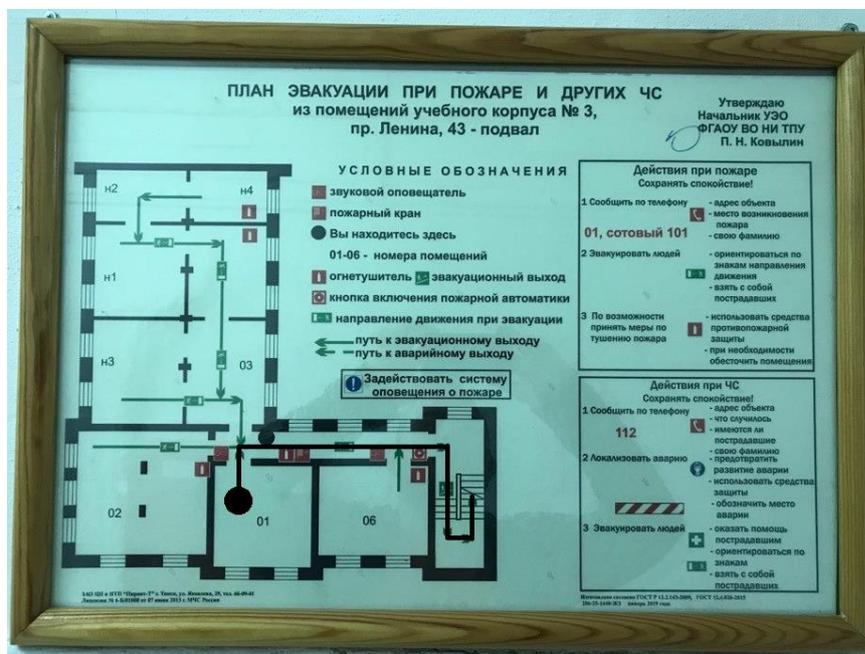


Рисунок 429 – План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса № 3

5. 2 Экологическая безопасность

В компьютерах огромное количество компонентов, которые содержат токсичные вещества и представляют угрозу, как для человека, так и для окружающей среды.

К таким веществам относятся:

- свинец (накапливается в организме, поражая почки, нервную систему);
- ртуть (поражает мозг и нервную систему);
- никель и цинк (могут вызывать дерматит);
- щелочи (прожигают слизистые оболочки и кожу).

Поэтому компьютер требует специальных комплексных методов утилизации. В этот комплекс мероприятий входят:

- отделение металлических частей от неметаллических;
- металлические части переплавляются для последующего производства;
- неметаллические части компьютера подвергаются специальной переработке;

Исходя из сказанного выше перед планированием покупки компьютера необходимо:

- побеспокоиться заранее о том, каким образом будет утилизирована имеющаяся техника, перед покупкой новой.
- знать насколько новая техника соответствует современным эко-стандартам и примут ее на утилизацию после окончания срока службы.

Таким образом утилизацию компьютера можно провести следующим образом:

1. отделить металлические детали от неметаллов;
2. разделить углеродистые металлы от цветмета;
3. пластмассовые изделия (крупногабаритные) измельчить для уменьшения объема;
4. копир-порошок упаковать в отдельную упаковку, точно также, как и все проклассифицированные и измельченные компоненты оргтехники, и после накопления на складе транспортных количеств отправить предприятиям и фирмам, специализирующимся по переработке отдельных видов материалов.

Утилизации подвергаются и объекты исследования, которые в процессе создания получили механические повреждения, например, после спекания керамика отслоилась, во время прессования таблетка разрушилась после того, как её достали из пресс-формы, во время поляризаций керамический образец пробило электрическим полем. Одним из вариантов утилизации подобного сырья – является использование бракованной

керамики в качестве дополнительного наполнителя (в объеме до 60%) в традиционно используемых в строительстве материалах, таких как железобетон, строительные растворы, клеи для плитки.

5.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Природная чрезвычайная ситуация – обстановка на определенной территории или акватории, сложившейся в результате возникновения источника природной чрезвычайной ситуации, который может повлечь или повлек за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей и (или) окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей.

Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и диверсия.

Для Сибири в зимнее время года характерны морозы. Достижение критически низких температур приводит к авариям систем тепло- и водоснабжения, сантехнических коммуникаций и электроснабжения, приостановке работы. В этом случае при подготовке к зиме следует предусмотреть а) газобаллонные калориферы (запасные обогреватели), б) дизель или бензоэлектродгенераторы; в) запасы питьевой и технической воды на складе (не менее 30 л на 1 человека); г) теплый транспорт для доставки работников на работу и с работы домой в случае отказа муниципального транспорта. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась.

В лаборатории ЛПМОБВЭ наиболее вероятно возникновение чрезвычайных ситуаций (ЧС) техногенного характера.

Для предупреждения вероятности осуществления диверсии предприятие необходимо оборудовать системой видеонаблюдения, круглосуточной охраной, пропускной системой, надежной системой связи, а также исключения распространения информации о системе охраны объекта,

расположении помещений и оборудования в помещениях, системах охраны, сигнализаторах, их местах установки и количестве. Должностные лица раз в полгода проводят тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации.

5. 4 Перечень нормативно-технической документации

1 СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания [62].

2 СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы [63].

3 ГОСТ 12.4.154-85 ССБТ. Устройства, экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты [64].

4 ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны [65]

5 СанПиН 2.2.4/2.1.8.562 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки [66].

6 СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах [67].

7 ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования [68].

8 ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования [69].

9 ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [70].

10 СНиП 23-05-95 Естественное и искусственное освещение [71].

11 НПБ 105-03 Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности [72].

Заключение

В рамках выполнения магистерской диссертационной работы проведен аналитический обзор научно-технической литературы по заданной тематике, на основе которого рассмотрены физико-механические и коррозионные свойства композитов на основе МАХ-фаз, методы получения композитов, а также способы повышения механических характеристик и функционализации данных материалов путем формирования функциональных градиентных материалов на их основе.

Выбранный на основе результатов обзора метод искрового плазменного спекания изучен и апробирован для создания ФГМ на основе МАХ-фаз $Ti_3Al(Si)C_2$ и Ti_3SiC_2 . Рассмотрено два подхода формирования ламинированных ФГМ. Первый подход основан на создании композитов с градиентом пористости методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг с различной долей порошкового наполнителя. Установлено, что ИПС прекерамических бумаг на основе Ti_3SiC_2 с варьируемой концентрацией порошкового наполнителя (70 и 90 масс. %) при температуре 1050 °С, давлении 10 МПа в течение 5 мин позволяет получать композиты с градиентом пористости, пористость в которых увеличивается, а доля МАХ-фазы снижается, при уменьшении концентрации порошкового наполнителя. Второй подход заключался в создании металлокерамических ламинированных композитов на основе МАХ-фаз, повышение механических характеристик которых достигалось с помощью армирования пластичными тугоплавкими металлическими слоями Nb. Установлено, что искровое плазменное спекание прекерамических бумаг на основе $Ti_3Al(Si)C_2$ и металлических фольг из ниобия при температуре 1250 °С, давлении 50 МПа в течение 5 мин приводит к формированию ламинированных композитов на основе Nb/ $Ti_3Al(Si)C_2$ -TiC, характеризующихся наличием диффузионного слоя на основе Nb-Al толщиной 15 мкм и хрупко-пластичным деформационным поведением.

В рамках проведения оценки коммерческого потенциала и перспективности данного научно-исследовательского проекта определен размер необходимого бюджета, который включает в себя материальные затраты, затраты на специальное оборудование, основную и дополнительную заработные платы исполнителей, страховые отчисления и накладные расходы. Проанализированы конкурентные технические решения с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения, на основании чего проведена оценка сравнительной эффективности научной разработки.

В ходе оценки рабочего места на предмет наличия вредных факторов производственной среды продемонстрирована организованность рабочего пространства и достаточный уровень безопасности с точки зрения норм и правил.

Список публикаций студента

1 Kashkarov E. B. et al. Functionally graded laminated composites fabricated from MAX-phase filled preceramic papers: Microstructure, mechanical properties and oxidation resistance //Journal of the European Ceramic Society. – 2022.

2 Krotkevich D. G. et al. Preceramic paper-derived $Ti_3Al(Si)C_2$ -based composites obtained by spark plasma sintering //Ceramics International. – 2021. – Т. 47. – №. 9. – С. 12221-12227.

3 Mingazova Y. R. et al. Formation of gradient porous composites from preceramic papers with Ti_3SiC_2 powder filler //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2021. – Т. 1989. – №. 1. – С. 012031.

4 Sedanova E. P. et al. Laminated Ti_3SiC_2/Zr based composites obtained by spark plasma sintering //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2021. – Т. 1989. – №. 1. – С. 012040.

5 Мингазова Ю. Р., Седанова Е. П. Получение градиентных композитов из прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 //Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XVIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 27-30 апреля 2021 г. Т. 1: Физика.—Томск, 2021. – Томский политехнический университет, 2021. – Т. 1. – С. 229-231.

6 Sedanova E. P. et al. Influence of preceramic paper composition on microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered Ti_3SiC_2 -based composites //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – Т. 1611. – №. 1. – С. 012007.

7 Sedanova E. P. et al. SiC-and Ti_3SiC_2 -Based Ceramics Synthesis by Spark Plasma Sintering of Preceramic Paper //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – Т. 1443. – №. 1. – С. 012007.

8 Мингазова Ю. Р., Седанова Е. П. Исследование свойств материалов на основе SiC конструкционного назначения //Перспективы развития

фундаментальных наук: сборник научных трудов XVII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 21-24 апреля 2020 г. Т. 1: Физика.—Томск, 2020. – Изд-во ТУСУР, 2020. – Т. 1. – С. 131-133.

9 Мингазова Ю. Р., Седанова Е. П. Синтез керамических материалов на основе карбида кремния методом искрового плазменного спекания //Физико-технические проблемы в науке, промышленности и медицине (ФТПНПМ-2019): сборник научных трудов Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 30 сентября-04 октября 2019 г.—Томск, 2019. – 2019. – С. 59.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Barsoum M. W. The $M_{N+1}AX_N$ phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates //Progress in solid state chemistry. – 2000. – Т. 28. – №. 1-4. – С. 201-281.
- 2 Whittle K. R. et al. Radiation tolerance of $M_{n+1}AX_n$ phases, Ti_3AlC_2 and Ti_3SiC_2 //Acta Materialia. – 2010. – Т. 58. – №. 13. – С. 4362-4368.
- 3 Tallman D. J., Anasori B., Barsoum M. W. A critical review of the oxidation of Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 and Cr_2AlC in air //Materials Research Letters. – 2013. – Т. 1. – №. 3. – С. 115-125.
- 4 Naebe M., Shirvanimoghaddam K. Functionally graded materials: A review of fabrication and properties //Applied materials today. – 2016. – Т. 5. – С. 223-245.
- 5 Wang H. et al. Effects of Ni foil thickness on the microstructure and tensile properties of reaction synthesized multilayer composites //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Т. 445. – С. 517-525.
- 6 Dermeik B. et al. Highly filled papers, on their manufacturing, processing, and applications //Advanced Engineering Materials. – 2019. – Т. 21. – №. 6. – С. 1900180.
- 7 Сметкин А. А., Майорова Ю. К. Свойства материалов на основе МАХ-фаз (обзор) //Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2015. – Т. 17. – №. 4.
- 8 Клопотов А. А. и др. ОБРАЗОВАНИЕ МАХ-ФАЗ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ //Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2017. – №. 9. – С. 236-244.
- 9 Barsoum M. W. The $M_{N+1}AX_N$ phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates //Progress in solid state chemistry. – 2000. – Т. 28. – №. 1-4. – С. 201-281.

10 Radovic M., Barsoum M. W. MAX phases: bridging the gap between metals and ceramics //American Ceramics Society Bulletin. – 2013. – Т. 92. – №. 3. – С. 20-27.

11 Barsoum M. W., Radovic M. Elastic and mechanical properties of the MAX-phases //Annual review of materials research. – 2011. – Т. 41. – С. 195-227.

12 Radovic M. et al. On the elastic properties and mechanical damping of Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , $Ti_3Si_{0.5}Al_{0.5}C_2$ and Ti_2AlC in the 300–1573 K temperature range //Acta materialia. – 2006. – Т. 54. – №. 10. – С. 2757-2767

13 Radovic M., Ganguly A., Barsoum M. W. Elastic properties and phonon conductivities of $Ti_3Al(C_{0.5}, N_{0.5})_2$ and $Ti_2Al(C_{0.5}, N_{0.5})$ solid solutions //Journal of Materials Research. – 2008. – Т. 23. – №. 6. – С. 1517-1521.

14 Hettinger J. D. et al. Electrical transport, thermal transport, and elastic properties of M_2AlC ($M=Ti, Cr, Nb, \text{ and } V$) //Physical Review B. – 2005. – Т. 72. – №. 11. – С. 115120.

15 Hu C. et al. Microstructure and properties of bulk Ta_2AlC ceramic synthesized by an in situ reaction/hot pressing method //Journal of the European Ceramic Society. – 2008. – Т. 28. – №. 8. – С. 1679-1685.

16 Radovic M. et al. On the elastic properties and mechanical damping of Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , $Ti_3Si_{0.5}Al_{0.5}C_2$ and Ti_2AlC in the 300–1573 K temperature range //Acta materialia. – 2006. – Т. 54. – №. 10. – С. 2757-2767.

17 Manoun B. et al. Synthesis and compressibility of $Ti_3(Al,Sn_{0.2})C_2$ and $Ti_3Al(C_{0.5},N_{0.5})_2$ //Journal of applied physics. – 2007. – Т. 101. – №. 11. – С. 113523.

18 Ложкина Ю. А., Сметкин А. А. Высокотемпературные свойства композиционных материалов на основе карбосилицида титана (краткий обзор) //Master's Journal. – 2016. – №. 2. – С. 114-124.

19 Barsoum M. W. et al. Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti_3SiC_2 to 1 GPa //Nature Materials. – 2003. – Т. 2. – №. 2. – С. 107-111.

20 Radovic M. et al. Effect of temperature, strain rate and grain size on the mechanical response of Ti_3SiC_2 in tension //Acta materialia. – 2002. – Т. 50. – №. 6. – С. 1297-1306.

21 Lis J. et al. New ceramics based on Ti_3SiC_2 //Ceramics International. – 1993. – Т. 19. – №. 4. – С. 219-222.

22 Bao Y. W., Zhou Y. C., Zhang H. B. Investigation on reliability of nanolayer-grained Ti_3SiC_2 via Weibull statistics //Journal of materials science. – 2007. – Т. 42. – №. 12. – С. 4470-4475.

23 Астапов И. А. и др. Исследование структуры и свойств композиционного материала системы Ti-Al-SiC, полученного методом порошковой металлургии //Актуальные проблемы порошкового материаловедения. – 2018. – С. 87-91.

24 Бродниковский Н. П. и др. Структура и механические свойства пористого титанокремнистого карбида Ti_3SiC_2 //Порошковая металлургия. – 2003. – №. 7-8. – С. 109.

25 Фирстов С. А. и др. Влияние состава и пористости спеченных титановых наноламинатов на механические свойства при высоких температурах //Проблемы прочности. – 2006.

26 El-Raghy T., Barsoum M. W. Diffusion kinetics of the carburization and silicidation of Ti_3SiC_2 //Journal of Applied Physics. – 1998. – Т. 83. – №. 1. – С. 112-119.

27 Фирстов С. А., Печковский Э. П., Горбань В. Ф. Прочность и пластичность спеченных материалов на основе титанового наноламмината Ti_3SiC_2 //Успехи физики металлов. – 2006.

28 Wang X. H., Zhou Y. C. High-temperature oxidation behavior of Ti_2AlC in air //Oxidation of Metals. – 2003. – Т. 59. – №. 3-4. – С. 303-320.

29 Drouelle E. et al. Microstructure-oxidation resistance relationship in Ti_3AlC_2 MAX phase //Journal of Alloys and Compounds. – 2020. – Т. 826. – С. 154062.

30 Zhang H. et al. Oxidation behavior of porous Ti_3SiC_2 prepared by reactive synthesis //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2018. – Т. 28. – №. 9. – С. 1774-1783.

31 Прихна Т. А. и др. Исследование стойкости к окислению, механических характеристик материалов на основе МАХ-фаз систем Ti–Al–(C, N) и возможности их использования в качестве инструментальных связок и для полирования //Сверхтвердые материалы. – 2014.

32 Yongming L. et al. Synthesis of high-purity Ti_3SiC_2 polycrystals by hot-pressing of the elemental powders //Materials Letters. – 2002. – Т. 52. – №. 4-5. – С. 245-247.

33 Barsoum M. W., El-Raghy T. The MAX-phases: Unique new carbide and nitride materials: Ternary ceramics turn out to be surprisingly soft and machinable, yet also heat-tolerant, strong and lightweight //American Scientist. – 2001. – Т. 89. – №. 4. – С. 334-343.

34 Li J. F., Sato F., Watanabe R. Synthesis of Ti_3SiC_2 polycrystals by hot-isostatic pressing of the elemental powders //Journal of materials science letters. – 1999. – Т. 18. – №. 19. – С. 1595-1597.

35 Li J. T., Miyamoto Y. Fabrication of monolithic Ti_3SiC_2 ceramic through reactive sintering of Ti/Si/2TiC //Journal of materials synthesis and processing. – 1999. – Т. 7. – №. 2. – С. 91-96.

36 Столин А. М. и др. Метод свободного СВС-сжатия для получения крупногабаритных плит из керамических материалов //Новые огнеупоры. – 2019. – Т. 1. – №. 5. – С. 100-103.

37 Pazniak A. et al. Dense Ti_3AlC_2 based materials obtained by SHS-extrusion and compression methods //Ceramics International. – 2019. – Т. 45. – №. 2. – С. 2020-2027.

38 Gao N. F. et al. Rapid synthesis of dense Ti_3SiC_2 by spark plasma sintering //Journal of the European Ceramic Society. – 2002. – Т. 22. – №. 13. – С. 2365-2370.

39 El Saeed M. A., Deorsola F. A., Rashad R. M. Influence of SPS parameters on the density and mechanical properties of sintered Ti_3SiC_2 powders //International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2013. – T. 41. – C. 48-53.

40 Lagos M. A. et al. $Ti_3SiC_2-C_f$ composites by spark plasma sintering: Processing, microstructure and thermo-mechanical properties //Journal of the European Ceramic Society. – 2019. – T. 39. – №. 9. – C. 2824-2830.

41 Barsoum M. W. The $M_{N+1}AX_N$ phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates //Progress in solid state chemistry. – 2000. – T. 28. – №. 1-4. – C. 201-281.

42 Turki F. et al. SPS parameters influence on Ti_3SiC_2 formation from Si/TiC: Mechanical properties of the bulk materials //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – T. 708. – C. 123-133.

43 Sedanova E. P. et al. SiC-and Ti_3SiC_2 -Based Ceramics Synthesis by Spark Plasma Sintering of Pre ceramic Paper //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – T. 1443. – №. 1. – C. 012007.

44 Kashkarov E. B. et al. Functionally graded laminated composites fabricated from MAX-phase filled pre ceramic papers: Microstructure, mechanical properties and oxidation resistance //Journal of the European Ceramic Society. – 2022.

45 Qian X. K. et al. Cyclic oxidation of Ti_3AlC_2 at 1000–1300° C in air //Corrosion science. – 2011. – T. 53. – №. 1. – C. 290-295.

46 Wei C. et al. The fabrication and mechanical properties of bionic laminated ZrB_2-SiC/BN ceramic prepared by tape casting and hot pressing //Scripta Materialia. – 2011. – T. 65. – №. 9. – C. 791-794.

47 Wang C. et al. Control of composition and structure in laminated silicon nitride/boron nitride composites //Journal of the American Ceramic Society. – 2002. – T. 85. – №. 10. – C. 2457-2461.

48 Sciti D., Guicciardi S., Nygren M. Densification and mechanical behavior of HfC and HfB₂ fabricated by spark plasma sintering //Journal of the American Ceramic Society. – 2008. – T. 91. – №. 5. – C. 1433-1440.

49 Clegg W. J. et al. A simple way to make tough ceramics //Nature. – 1990. – T. 347. – №. 6292. – C. 455-457.

50 Bai Y. et al. Developing high toughness laminated HfB₂-SiC ceramics with ductile Nb interlayer //Ceramics International. – 2019. – T. 45. – №. 16. – C. 20977-20982

51 Bai Y. et al. Improved fracture toughness of laminated ZrB₂-SiC-MoSi₂ ceramics using SiC whisker //Ceramics International. – 2018. – T. 44. – №. 8. – C. 8890-8897.

52 Bai Y. et al. Strong and tough ZrB₂ materials using a heterogeneous ceramic–metal layered architecture //Journal of the American Ceramic Society. – 2019. – T. 102. – №. 9. – C. 5013-5019.

53 Xiang L. et al. Laminated HfC–SiC ceramics produced by aqueous tape casting and hot pressing //Ceramics International. – 2015. – T. 41. – №. 10. – C. 14406-14411.

54 Lin C. et al. Microstructure evolution and fracture behavior of innovative Ti-(SiCf/Al₃Ti) laminated composites //Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – T. 743. – C. 52-62.

55 Bowen C. R., Thomas T. Macro-porous Ti₂AlC MAX-phase ceramics by the foam replication method //Ceramics international. – 2015. – T. 41. – №. 9. – C. 12178-12185.

56 Velasco B., Gordo E., Tsipas S. A. MAX phase Ti₂AlC foams using a leachable space-holder material //Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – T. 646. – C. 1036-1042.

57 Hu L. et al. Processing and characterization of porous Ti₂AlC with controlled porosity and pore size //Acta Materialia. – 2012. – T. 60. – №. 18. – C. 6266-6277.

58 Fey T. et al. Microstructure, thermal conductivity and simulation of elastic modulus of MAX-phase (Ti_2AlC) gel-cast foams //Journal of the European Ceramic Society. – 2018. – Т. 38. – №. 10. – С. 3424-3432.

59 Gonzalez-Julian J. et al. High-temperature oxidation and compressive strength of Cr_2AlC MAX phase foams with controlled porosity //Journal of the American Ceramic Society. – 2018. – Т. 101. – №. 2. – С. 542-552.

60 Travitzky N. et al. Pre-ceramic Paper-Derived Ceramics //Journal of the American Ceramic Society. – 2008. – Т. 91. – №. 11. – С. 3477-3492.

61 Li K. et al. Pre-ceramic Paper-Derived SiC_f/SiC_p Composites Obtained by Spark Plasma Sintering: Processing, Microstructure and Mechanical Properties //Materials. – 2020. – Т. 13. – №. 3. – С. 607.

62 СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/573500115>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 30.03.22 г.

63 СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/901865498>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

64 ГОСТ 12.4.154-85 ССБТ. Устройства, экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/1200005824>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

65 ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/1200000525>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

66 СанПиН 2.2.4/2.1.8.562 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/901703278>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

67 СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/420362948>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

68 ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/9051953>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

69 ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/5200270>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

70 ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/gost-12-1-038-82-ssbt>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 30.04.22 г.

71 СНиП 23-05-95 Естественное и искусственное освещение. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/871001026>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

72 НПБ 105-03 Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/1200032102>, свободный. – Заглавие с экрана. – Язык русский. Дата обращения: 15.03.22 г.

Приложение А

(обязательное)

Раздел на иностранном языке

Раздел 2

Объект и методы исследования

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Мингазова Юлия Рафаиловна		

Консультант школы отделения (НОЦ): Отделение экспериментальной физики

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Лаптев Р.С.	К.Т.Н.		

Консультант – лингвист отделения ОИЯ школы: ШБИЦ

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Лахотюк Л.А.	–		

1 MAX-phases

In this work, in order to consider and analyze the influence of the synthesis modes of metal-ceramic composites based on MAX-phases on the features of their structural-phase transformations, it is necessary to consider the structure, physicochemical, and mechanical properties of the existing MAX-phases. MAX-phases belong to a unique family of ternary layered compounds with the general formula $M_{n+1}AX_n$ ($n=1,2,3\dots$), where M is a transition d-metal; A – p-element (for example, Si, Ge, Al, S, Sn, etc.); X – carbon or nitrogen (Figure A.1) [1].

The figure shows a periodic table with the following color-coding and labels:

- M (early transition metal):** Red background. Elements include Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, and W.
- A (group A element):** Blue background. Elements include Al, Si, Ga, In, Sn, Tl, Pb, Bi, Po, At, Rn, and He.
- X (C and/or N):** Black background. Elements include C and N.

Other elements are shown in light grey. The legend also includes H (Hydrogen) and He (Helium).

Figure A.1 – Periodic table of elements forming nanolaminates of general composition [1]

The MAX-phases have a layered hexagonal structure with the space group according to Hermann-Mogen P_{63}/mmc . This structure consists of octahedral M_6X , in their turn, are separated by metal layers A. Based on this, this structure combines strong covalent bonds between the transition metal elements M and carbon/nitrogen X, as well as weak bonds between the metal and element A. The classification of MAX -phases is based mainly on the value of the number n, which characterizes the layered nature of these compounds. So, when $n=1$ the stoichiometric formula is – M_2AX_1 ("211"), when $n=2$ – M_3AX_2 ("312"), when $n=3$ – M_4AX_3 ("413"), the crystal structures of which are shown in Figure A.2 [2].

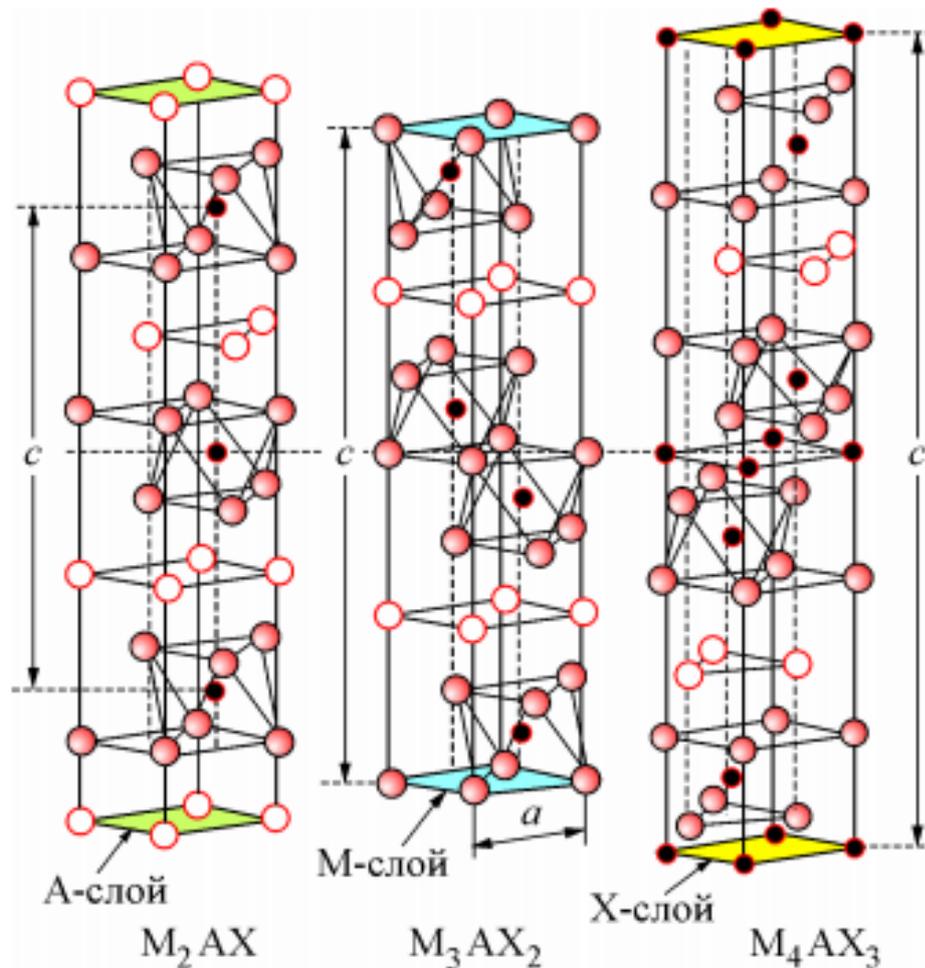


Figure A.2 – Crystal structure of MAX-phases [2]

In each of the cases "211", "312" and "413" the densely packed layers M alternate with layers of a pure element of the group A, and the octahedral nodes between them are filled with atoms of the element X. Group A elements are located in the center in trigonal prisms, which are larger than the octahedral node and therefore better suited to accommodate large atoms. The main difference in the structures presented in Figure 2 is the number of layers M separating layers A: in the system "211" there are two, "312" – three, "413" – four. This fact is of key importance and affects the mechanical properties of the MAX-phases [3].

According to the work [4], the MAX-phases Ti_3AlC_2 , Ti_3SiC_2 are among the most promising because of their properties, therefore they were chosen as objects of study in this work.

2 Properties of composites based on MAX-phases

MAX-phases have properties characteristic of both metals and ceramics, which was revealed relatively recently on the basis of research conducted by a group of scientists at Drexel University (USA) led by M. Barsoum. Scientists have discovered that MAX-phases are natural nanolaminates, which, in turn, are a unique class of materials that combine the qualities of layered systems and nano-objects, and have high electrical- and thermal- conductivity (for example, the thermal conductivity for the MAX-phase Ti_3SiC_2 is higher than for pure Ti), wear resistance, high rigidity combined with low density and resistance to damage. Moreover, these properties of MAX-phases can be maintained at high temperatures, and they also exhibit high resistance to oxidation and thermal shock.

Let us consider in more detail the physical-mechanical and chemical properties of composites based on MAX-phases.

2.1 Physical and mechanical properties of materials based on MAX-phases

The physical properties of some MAX-phases at room temperature are determined in the work [5], based on this, Table A.1 presents the values of the modulus of elasticity, shear modulus, Poisson's ratio and density of these MAX-phases. As shown in Table 1, for the most part, the MAX-phases are elastically quite stiff. In combination with the fact that the density of some MAX-phases is relatively low, $\approx 4\text{-}5 \text{ g/cm}^3$, their specific stiffness values can be high. For example, the specific stiffness of Ti_3SiC_2 is comparable to that of Si_3N_4 and is about three times higher than that of Ti. The Poisson's ratio for all MAX-phases ranges around 0.2, which is lower than 0.3 for Ti and closer to 0.19 for nearly stoichiometric TiC.

Таблица А.1 – Density, shear modulus G , Young's modulus E and Poisson's ratio ν MAX-phases [5]

MAX-phases	Density, g/sm ⁻³	G, MPa	E, MPa	ν	Reference
Ti ₂ AlC	4,1	118	277	0,19	[6]
Ti ₂ AlC _{0,5} N _{0,5}	4,2	123	290	0,18	[7]
Cr ₂ AlC	5,24	102	245	0,20	[8]
Nb ₂ AlC	5,1	117	286	0,21	[8]
Ta ₂ AlC	6,34	121	292		[9]
Ti ₃ SiC ₂	11,46	139	343–339	0,20	[10]
Ti ₃ GeC ₂	4,52	142	340–347	0,19	[10]
Ti ₃ (Si,Ge)C ₂	4,35	136,8	322	0,18	[10]
Ti ₃ AlC ₂	4,2	124	297	0,20	[11]
Ti ₃ AlCN	4,5	137	330	0,21	[11]

The physical and mechanical properties of Ti₃SiC₂ in the general case are also presented in Table A.2 [12]. The binding energy of A-layer atoms (–Si–Si) is much lower than for titanium and carbon atoms, which provides a higher diffusion mobility of Si atoms. The bending strength values reach 600 MPa. The thermal expansion coefficient is close to pure titanium.

Таблица А.2 – Physical and mechanical properties of Ti₃SiC₂ [12]

Characteristic	Value
The crystal lattice is hexagonal tightly packed: – a axis, nm – c axis, nm	0,30665 1,7671
Binding energy between atoms, eV: – Ti – Ti – C – C – Si – Si	454 281 98,5
Density, g/cm ³	4,52
Heat capacity at 20 °C, mJ/mol·K ²	6,5
Thermal coefficient of linear expansion, 10 ⁶ K ⁻¹	9,1
Electrical resistivity, μOm	0,227
Modulus of normal elasticity, GPa	333
Shear modulu, GPa	140
Bulk modulus, GPa	185
Poisson's ratio	0,2
Flexural strength, MPa	600
Compressive strength, MPa	1100

In general, MAX-phases containing In, Pb and Sn are less rigid than MAX-phases containing lighter A-elements. For example, the Young's modulus (E) of 178, 216 and 237 GPa for Zr_2SnC , Nb_2SnC and Hf_2SnC is respectively lower than any of the Al-containing ternary components or Ti_3SiC_2 [5].

Radovic et al. considered the Young's modulus and the shear modulus of several MAX-phases in the temperature range of 300–1573 K. The modulus values were determined at very small deformations using resonant ultrasonic spectroscopy. These studies have shown that some MAX-phases containing Al and Ti_3SiC_2 have another useful property: their elastic properties are practically independent of temperature. For example, the shear and Young moduli for Ti_3AlC_2 are $\approx 88\%$ of their values at room temperature.

Probably the most important property of MAX-phases is their nonlinear, hysteretic, elastic behavior, which is unusual for elastically rigid materials. Cyclic loading during compression [10] or tension [13] of the MAX-phases leads to spontaneous reversible hysteresis loops, the shape and size of which strongly depend on the grain size (Figure A.3). Figure A.3a shows typical compressive stress-strain curves for Ti_3SiC_2 with two different grain sizes. The Ti_3SiC_2 samples show a sharp difference in response between coarse-grained (blue loops) and fine-grained (black and red loops) samples. The red loop obtained for the fine-grained sample at 250 MPa is much stiffer (higher Young's modulus) and smaller in area than for the coarse-grained sample. The green arrows indicate the load-discharge direction.

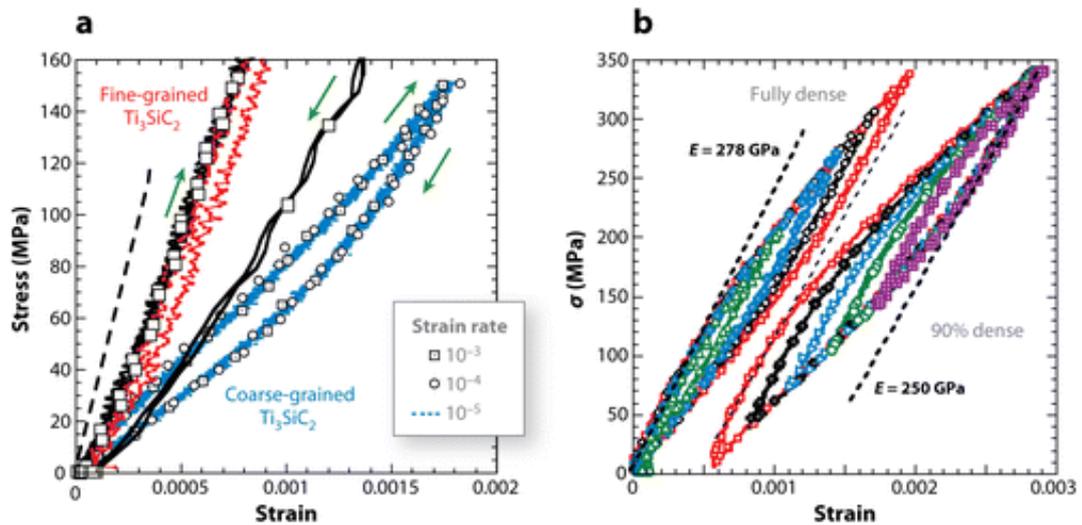


Figure A.3 – Typical cyclic compression loops: a) Ti_3SiC_2 samples showing a sharp difference in response between coarse-grained samples (blue loops) and fine-grained samples (black and red loops); b) Ti_2AlC – with comparable grain sizes but slightly different densities [5]

Figure A.3b shows typical cyclic compressive stress-strain curves for dense Ti_2AlC and Ti_2AlC with a density of 90%. A solid with 10% porosity dissipates more energy per unit volume on an absolute scale per cycle than its fully dense counterpart. This result is evidence that this behavior is based on the formation, growth and annihilation of nascent kink bands on dislocations during cyclic loading, which explains the observed nonlinear elastic behavior for the very reason that it eliminates all mechanisms, such as reversible dislocation clusters, scale which directly depends on the volume tested material [5].

Also, MAX-phases have good resistance to damage. Figure A.4 shows the bending strength values as a function of the logarithm of the indentation load for fine-grained (3-5 μm) and coarse-grained (100-300 μm) Ti_3SiC_2 and Ti_3AlC_2 with a grain size of about 25 μm . It has been shown that the flexural strength after indentation is less dependent on the indentation load than in the case of typical brittle ceramics.

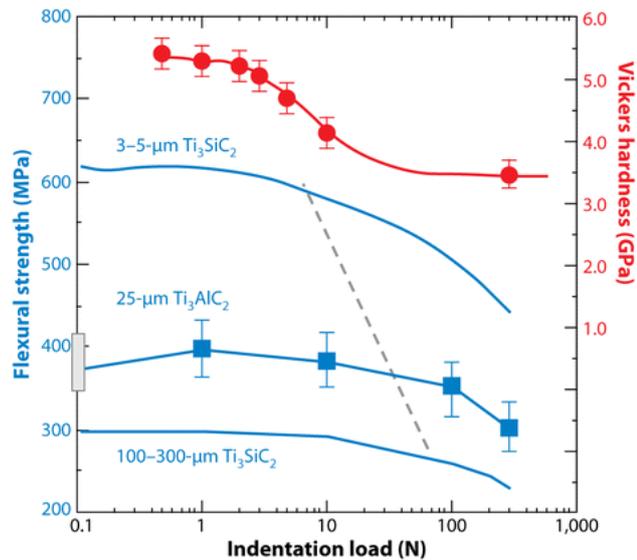


Figure A.4 – Vickers hardness versus the log of indentation load (red curve); flexural strength versus the log of indentation loads for fine-grained and coarse-grained Ti_3SiC_2 and Ti_3AlC_2

Typically, Vickers indentations in brittle solids result in cracks extending from the corners of the indentation. Such cracks, in turn, result in a sharp decrease in strength. In [14], it was reported for the first time that inducing cracks from indentation corners in most MAX-phases is difficult. Instead of the formation of cracks in the area of depressions, delaminations, kinks of individual grains, extrusion and elongation of grains are observed. That is, we can say that the main reason for such damage resistance is the ability of MAX-phases to contain and confine the degree of damage to a small area around the indentations by plastic deformation.

Another manifestation of the high resistance of MAX-phases to damage is the high Weibull modulus, which is used to describe changes in the strength (stability) of brittle materials. Bao et al. [15] found that the Weibull modulus for Ti_3SiC_2 is 29, which is high for monolithic polycrystalline ceramics with uniform grain sizes. Figure A.5 shows an unpressurized sintered Ti_2AlC block that was repeatedly hit with a large steel hammer. The only effect of such hitting was the formation of surface dents, not unlike dents that would be observed on a metal block. This high damage resistance means that MAX-phases are more resistant to

processing and service flaws that are detrimental to the mechanical properties of brittle solids.



Figure A.5 – Picture of the surface of a Ti₂AlC block after it was repeatedly hit with a steel hammer [15]

The mechanical properties of materials based on the MAX-phases of the Ti-Al-C system are considered in [16]. When studying materials containing titanium carbide inclusions, it was found that the nanohardness and Young's modulus at a load of 242 mN are 2.0 ± 0.4 GPa and 137 ± 21 GPa, respectively. When the proportion of titanium carbide in the composition of the material increases, it leads to an increase in nanohardness and Young's modulus. Materials with a high (70%) content of the MAX-phase Ti₃AlC₂ have high (>12 MPa·m^{1/2}) crack resistance.

Material of (3Ti-Al) + 15% SiC sintered at T=1400 °C, consists of two phases – Ti₂AlC and titanium carbosilicide (Ti₅Si₃C_x) [17]. The microstructure of the material was studied by scanning electron microscopy, the values of bending strength and its heat resistance were determined at a holding time of 5 h (T = 1200 °C). The data obtained are presented in table A.3. The authors of the article found that increasing the MAX-phase content in the composite material allows to increase the strength values in three-point bending. Samples containing the maximum amount of Ti₂AlC and Ti₅Si₃C_x fracture at higher loads and have higher heat resistance values. It should be noted that composites are porous materials, and

as the sintering temperature increases, the number of pores decreases. For samples with an initial silicon carbide content of 5 and 10% in the microstructure there are zones of the main Ti_3Al -phases, in which two-phase “islands” – Ti_2AlC and $Ti_5Si_3C_x$ are evenly distributed (Figure A.6). The volume content of two-phase regions increases with increasing sintering temperature and SiC content.

Table A.3 – Strength and heat resistance of composite materials [17]

Sample	Sintering temperature, °C	Strength, MPa	Weight gain, %
(3Ti–Al)+15%SiC	1400	151	13,6
	1300	87	24,1
(3Ti–Al)+10%SiC	1400	94	16,2
	1300	65	32,6
(3Ti–Al) + 5%SiC	1400	79	25,5
	1300	49	24,5

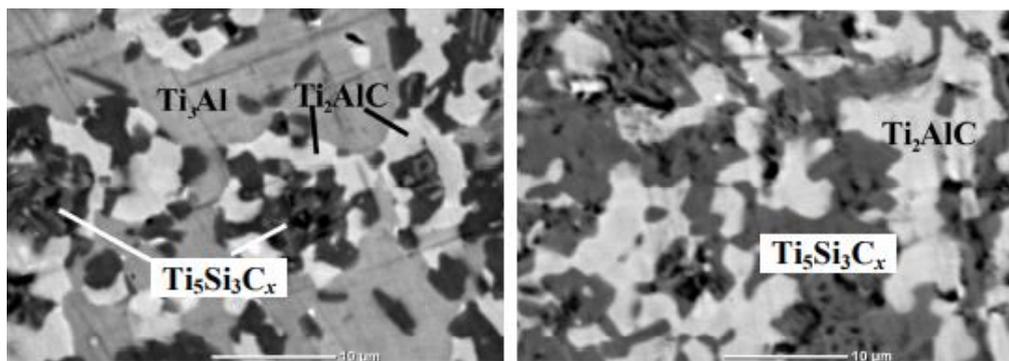


Figure A.6 – Results of scanning electron microscopy of samples: a – (3Ti–Al) + 10%SiC; b – (3Ti–Al) + 15%SiC [17]

The deformation process of composite materials based on MAX-phases depends on the porosity and phase composition of the synthesized samples, in particular, on the presence of the titanium carbide TiC phase [18,19]. These characteristics affect the process of microstratification and contribute to regulation of the strength properties of the material. Thus, in [20] using the process of carburizing and obtaining a layer of TiC_x , it was possible to increase the surface hardness to the range of 20–25 GPa.

Also one of the important factors of the physical and mechanical properties of composite materials based on titanium-containing MAX-phases are structural and phase changes that occur during various types of processing, hardening and fracture in the temperature range of 20 – 1300°C [21]. As a result of a mechanical test for uniaxial compression of Ti_3SiC_2 , it was found that under load in a given range, the material passes through two critical temperatures, which are characterized by the value of residual deformation (Figure A.7). Once the first critical temperature $T_1 \approx 1050^\circ\text{C}$ is reached, there is a transition from brittle fracture to instrumentally measured residual deformation, which when the temperature rises to 1150°C is at values of $\varepsilon = 5 - 7\%$. After reaching the second critical temperature $T_2 \approx 1200^\circ\text{C}$, the material undergoes dynamic softening, as a result of which its residual deformation can reach values of $\varepsilon = 50 - 70\%$. Accordingly, with increasing loading temperature, the material passes through three states: brittle ($T < 1050^\circ\text{C}$), brittle-plastic ($T = 1050 - 1150^\circ\text{C}$) and plastic ($T \gg 1150^\circ\text{C}$). The authors also showed that during of continuous loading in the temperature range of 20 – 1300°C, two types of internal stress relaxation mechanisms act simultaneously in the material: the first is grain-boundary – the formation and propagation of intergranular microcracks (to a lesser extent, intragranular ones); the second – intragranular – thermally activated mechanisms (dislocation and diffusion), acting inside the grains.

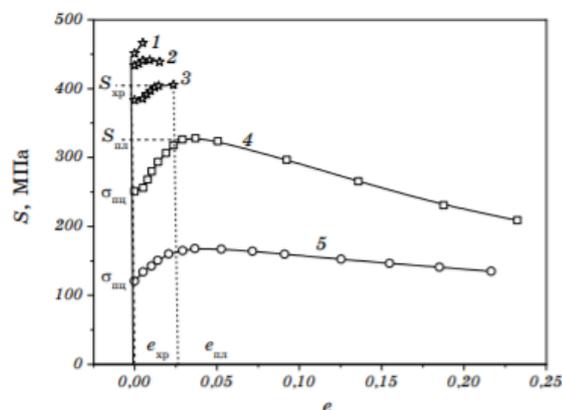


Figure A.7 – Deformation diagram of sintered Ti_3SiC_2 under uniaxial compression at different temperatures ($^\circ\text{C}$): 1 – 1050, 2 – 1100, 3 – 1150, 4 – 1200, 5 – 1300

[21]

Based on the considered physical and mechanical properties of materials on the basis of titanium-containing MAX-phases, there is a unique combination of physical and mechanical properties, such as low density, high strength, thermal and structural stability, and thermal and electrical conductivity, which makes them attractive to many applications, such as rotating electrical contacts and bearings, heating elements, nozzles and heat exchangers. Many of these applications are currently being field tested and are in various stages of development.

2.2 Corrosion resistance of titanium-containing MAX phases

When considering composites based on MAX-phases as materials, the use of which provides for operation in aggressive environments and high temperatures, it is worth paying special attention to corrosion resistance, which directly depends on the ability of the substance to resist the oxidation process.

The attractiveness of the Ti_2AlC -based MAX-phase for high temperature applications arises mainly because of its excellent oxidation resistance. The work [22], on the oxidation process of Ti_2AlC , demonstrates that this compound obeys the cubic law of oxidation in the temperature range from 1000 to 1300°C and is characterized by the growth of the oxide film depending on the oxygen permeability of the grain boundaries.

In [23], the effect of the microstructure of this MAX-phase on the resistance to the oxidation process is considered. To conduct research in this work, samples were synthesized based on a fine-grained composite compound by spark plasma sintering and coarse-grained by hot isostatic pressing. Sintering modes are presented in Table A.4.

Table A.4 – Sintering modes of samples based on the MAX-phase Ti_3AlC_2 [23]

Method	t, °C	sintering time, h	pressure, MPa	compaction time, min
SPS	1450	2	30-75	2-20
HIP	1450	2	50	60

Based on the results presented in the work, we can conclude that oxidation in the temperature range of 900-1000 °C on fine-grained samples leads to the formation of a passivating aluminum oxide film, whereas the oxidation of coarse-grained samples leads to the formation of a mixed layer ($\text{TiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$), which is less resistant to oxidation. This feature is a result of the high density of grain boundaries in the fine-grained material, which leads to a large number of pathways for the diffusion process for Al^{3+} ions.

The oxidation process of the material based on the MAX-phase Ti_3SiC_2 synthesized at a pressure of 200 MPa, temperature 1350°C for 3 hours was considered in the study [24]. The Ti/Si/C powders were mixed in a molar ratio of 3:1.2:2. After that, an analysis was made of the oxidative behavior of porous titanium carbosilicide (with a porosity of 54.3%) in air at temperatures of 400 – 1000 °C for 100 hours. After each oxidation cycle, the weight gain and pore size were measured.

Figure A.8 shows the dependence of weight gain on time, on the basis of which it can be seen that the weight gain curves do not follow a single law and each of the isotherms can be divided into two stages: an early stage with a fast oxidation rate and a late stage with a slow rate. Thus, the weight gain initially varied from 2.4% to 47.7% depending on the increase in the oxidation temperature, but at a time of more than 30 hours and within the temperature range of 400–900 °C the weight gain was less than 10%. The sample oxidized at 1000°C has a weight gain of 53% in just 10 hours, after which the corrosion gain does not change due to the complete oxidation of Ti_3SiC_2 . It should also be noted that the oxidation of the sample at 600°C tended to accelerate at the late stage of oxidation and the weight gain was 18.6%, which is 0.3% more than for the sample oxidized at 700°C. This abnormal oxidation is associated with the appearance of cracks, as demonstrated by SEM results.

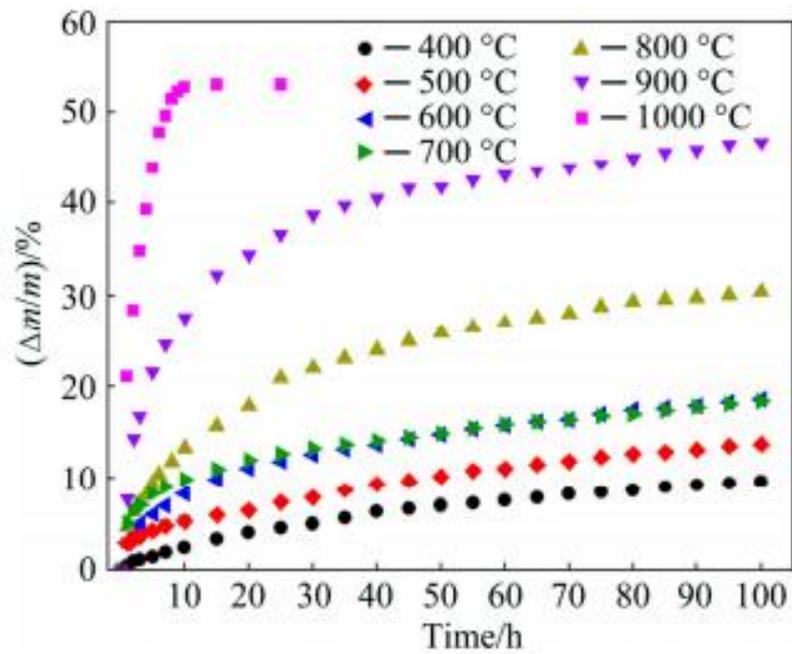


Figure A.8 – The graph of weight gain vs. time [24]

Figure A.9 shows the morphology of the oxidized samples. At a temperature of 400 °C and an oxidation time of 50 h (Figure A.9a), the sample shows cracks on almost every grain. At a temperature of 600 °C and an oxidation time of 10 h, cracks are observed that level out over the layers, as shown in Figure A.9b. After exposure for 50 h, part of the grains was completely separated into several parts (Figure A.9c), which significantly destroyed the original porous structures. For samples oxidized at temperatures above 600°C, the morphology is significantly different, as demonstrated in Figures A.9 d-f. Although cracks were observed in the grains, the initial porous framework of Ti_3SiC_2 largely retained its integrity. It can also be seen that at temperatures of 800 and 1000°C, the surfaces of the samples become rough, which is quite noticeable in Figure A.9e. Using energy dispersive X-ray spectroscopy, it was found that these were traces of titanium oxide TiO_2 .

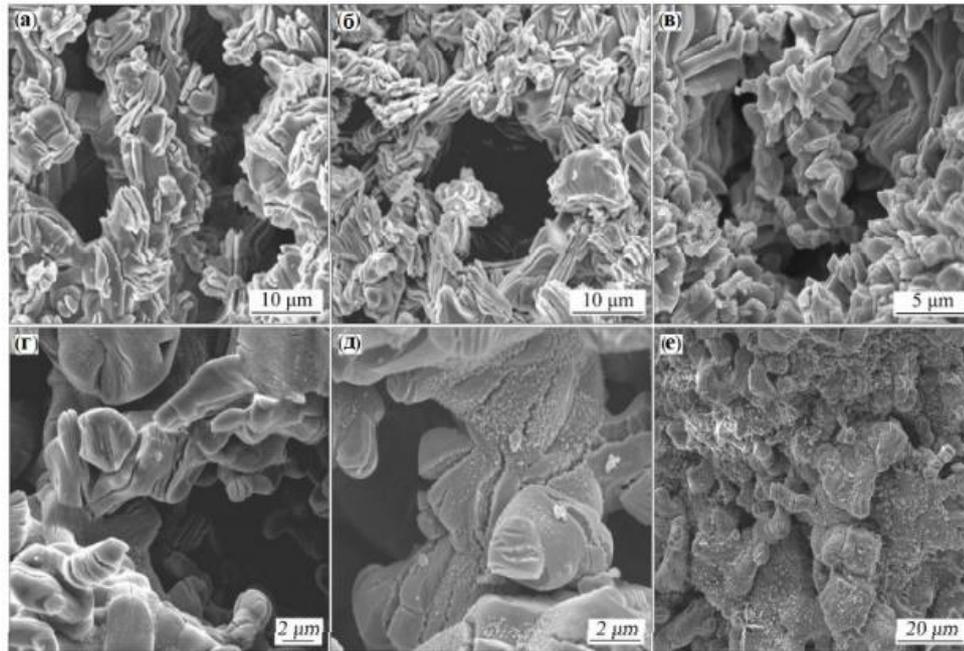


Figure A.9 – Results of scanning electron microscopy: a – 400 °C, 50 h; b – 600 °C, 10 h; c – 600 °C, 50 h; d – 700 °C, 10 h; e – 800 °C, 10 h; f – 1000 °C, 10 h [24]

Based on the consideration of the results of the study, it can be concluded that the kinetics of oxidation of porous Ti_3SiC_2 samples at different temperatures initially has a parabolic character, which indicates a high oxidation rate in the initial period. With the creation of a protective oxide layer, the kinetics becomes linear, and since the thickness of the outer oxide layer increases with oxidation time, its growth rate slows down.

3 Obtaining composites based on MAX phases

When considering the properties of synthesized metal-ceramic materials based on the MAX-phase, it was established that the modes of sintering, namely temperature, pressure, heating rate, starting raw materials, play a key role in structural-phase transformations.

The process of the synthesis of the MAX-phases Ti_2AlC , Ti_3SiC_2 , Ti_3AlC_2 , Ti_3SiC_2 , etc. is quite diverse and includes methods of hot pressing (HP), reaction

sintering, self-propagating high-temperature synthesis (SHS), spark plasma sintering (SPS) and many others.

Hot pressing (HP) is the most commonly used method of producing MAX-materials based on compression of a mixture of fine powders (2-10 microns) in a special pressform under the influence of high temperatures. Using this method, it is quite easy to obtain samples of large size and with a relatively high density [25].

The scientific group [26] investigated the synthesis of titanium carbosilicide (Ti_3SiC_2) by hot pressing method. The effect of temperature and time on the synthesis of the pure Ti_3SiC_2 phase is considered and its mechanical properties are evaluated. The hot pressing process was carried out at a pressure of 25 MPa, a temperature of 1500 to 1700 °C and a holding time of 1 to 2 hours.

Figure A.10 shows an X-ray diagram of sintering products. At 1500 °C for 1 hour the main phases present were Ti_3SiC_2 and TiC. When the temperature was increased to 1600 °C, the Ti_3SiC_2 content increased, but the holding time should be increased to 2 hours to reduce the fraction of the secondary TiC phase and obtain a pure MAX-phase.

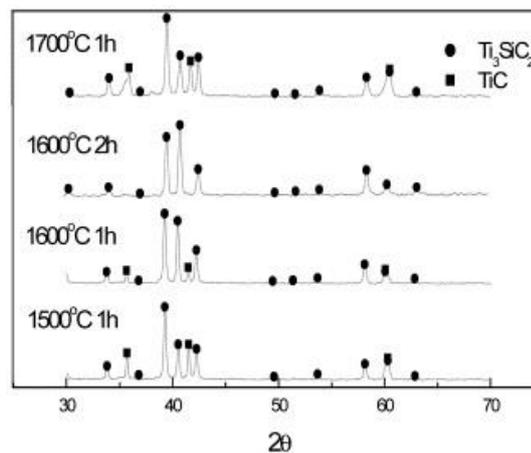


Figure A.10 – X-ray diffraction of synthesis products formed at different temperatures and sintering times [26]

Table A.5 presents the mechanical characteristics of Ti_3SiC_2 high purity ($t = 1600$ °C, $t = 2$ hours). This sample reached 99.8% of theoretical density. The bending strength was 376 MPa, which is higher than the values presented in

Barsoum and El-Raghy [27]. The work of deformation was 1350 J/m². The Young's modulus was 303 GPa, which corresponds to the values obtained in the work [28].

Таблица А.5 – Mechanical properties of high purity Ti₃SiC₂ (T=1600 °C, t=2h) [26]

Properties	Values	
Density, g/sm ³	4,52	4,46
Vickers hardness, GPa	4,32±0,16	5,77±0,2
Young's modulus, GPa	303±7	293±7
Bending strength, MPa	370±8	360±10
Work of destruction, J/m ²	1350±30	–
References	[6]	[23]

Thus, this study showed that high-purity Ti₃SiC₂ polycrystals can be obtained by hot pressing at a temperature of 1600 °C for 2 hours.

Reaction sintering is also one of the most used methods for producing composites based on MAX-phases. The porosity of the samples is reduced by filling the pores with condensed products of chemical reactions, which are mainly in the gaseous state.

The production of monolithic Ti₃SiC₂ by reaction sintering was studied in [29]. Sintering was carried out at a temperature of 1380 – 1500°C with a heating rate of 12°C/min.

An X-ray image of a sample sintered at 1415 °C for 30 minutes without an additional powder layer is shown in Figure A.11. These results indicate the presence of a secondary TiC_x phase, which appears due to the evaporation of Si from the near-surface layer.

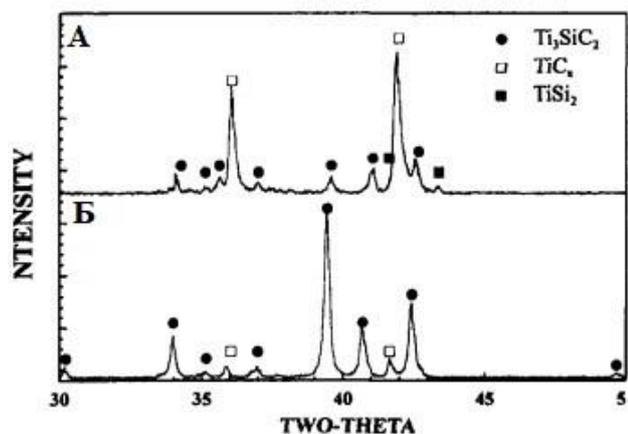


Figure A.11 – X-ray of a sample sintered without an additional layer at 1415 °C for 30 min: A) surface; B) central part of the sample [29]

Figure A.12 shows two typical morphologies of the synthesized sample, which are larger lamellar grains: grain (A) and smaller spherical grains (B). The larger lamellar grains are connected continuously without clear boundaries, which indicates the growth of the liquid phase. Also, many voids are observed in the grains.

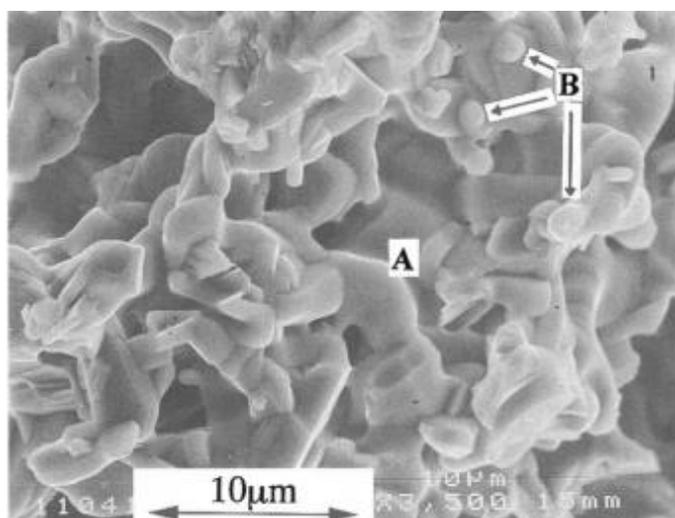


Figure A.12 – Two typical morphologies of the synthesized product [29]

Based on the presented results of this work, it can be concluded that the reaction sintering of Ti_3SiC_2 monolithic ceramics is accompanied by silicon Si evaporation, which causes the formation of secondary phases.

The method of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) is a method of direct production of samples in a single technological stage with the specified composition, structure, and ultimately with the specified performance properties of materials [30]. There are four SHS methods, which include SHS without the application of external loads in air, free SHS-compression, SHS-pressing, SHS-extrusion.

In [31] the process of obtaining dense materials based on Ti_3AlC_2 by SHS-extrusion and SHS-compression is considered. The experiments were carried out on the equipment shown in Figure A.13.

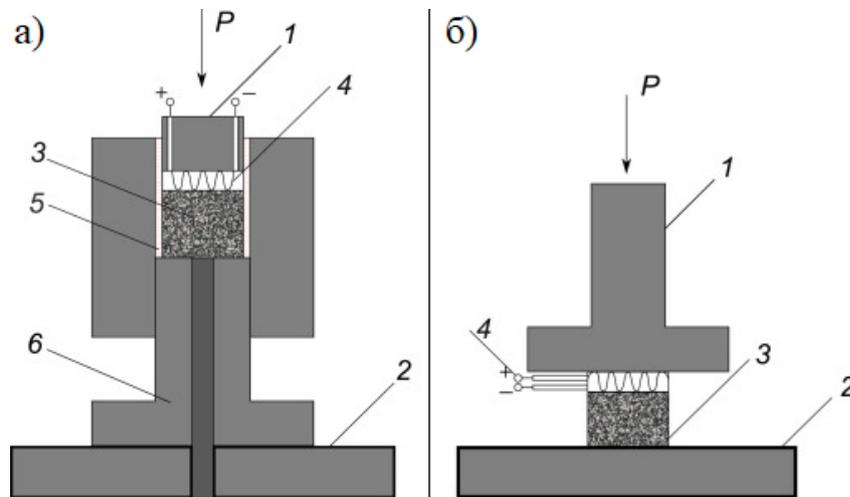


Figure A.13 – Equipment for SHS-extrusion (a) and SHS-compression (b) [31]

The main feature of the SHS-extrusion process is the high rate of deformation of hot sintered products, which contributes to the production of denser samples. Compared to SHS-compression, SHS-extrusion deforms the samples by extruding the material through a forming matrix (Figure A.13a). The main feature of the SHS-compression mode is that compaction and structure formation occur at a constant low pressure (~ 10 MPa) and without any particular matrix (Figure A.13b).

Table A.6 shows the content of MAX-phases in sintered samples, on the basis of which it can be seen that the materials consist of such phases: Ti_3AlC_2 ,

TiC and Al₃Ti. Despite the same content of the initial components, there is a clear difference in the ratio of these phases depending on the sintering method.

Table A.6 – Content of phases in samples obtained by SHS-compression and SHS-extrusion methods [31]

Sintering method	Phase content, wt.%
SHS-compression	Ti ₃ AlC ₂ – 67,5
	Ti Al ₃ – 19,4
	TiC – 13,1
SHS-extrusion	Ti ₃ AlC ₂ – 81,9
	Ti Al ₃ – 13,4
	TiC – 4,7

The typical structure of the materials with the maximum MAX-phase content is shown in Figure A.14. The structure looks quite dense with the presence of some isolated pores (black holes), well developed elongated MAX-phase grains, as well as intermetallic compound TiAl (dark field) and titanium carbides (white inclusions). The average grain size is the same for both structures ~10-12 μm.

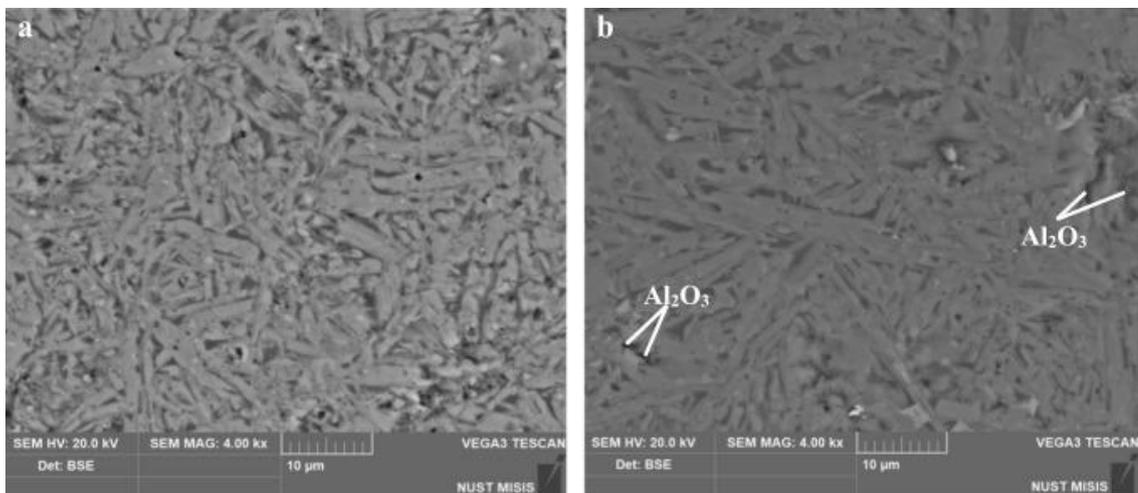


Figure A.14 – Electronic images of surfaces of Ti₃AlC₂ materials obtained by SHS-extrusion (a) and SHS-compression (b) [31]

When considering the porosity parameters of the synthesized samples, it can be seen that the materials synthesized by SHS-extrusion are characterized by a

higher density compared to the samples subjected to SHS-pressing, which is a consequence of the high strain rate.

Table A.7 shows the mechanical characteristics of the samples in question.

Table A.7 – Mechanical characteristics of samples obtained by SHS-extrusion and SHS-compression [31]

Characteristics	SHS-extrusion	SHS-compression
Compressive strength, MPa	720±2	642±2
Vickers hardness, MPa	6554±119	6167±103
Young's modulus, GPa	222±4	198±3
Electrical resistance, μOm·m	0,3	0,3

This work demonstrates that the synthesis of ceramic materials based on MAX-phases can be obtained by SHS-extrusion and SHS-compression methods. Both methods provide the formation of the MAX-phase Ti_3AlC_2 in the amount of 67.5 and 81.9 wt.% for compression and extrusion modes, respectively. The SHS-extrusion method provides dense textured ceramics (4.02 g/cm^3) with improved compressive strength ($720 \pm 2 \text{ MPa}$) and Young's modulus ($221.5 \pm 4 \text{ GPa}$) due to high strain rates of hot products during sintering.

The method that allows to obtain materials with a combination of high hardness and relative density is the method of spark plasma sintering (SPS). This method is based on passing powerful current pulses through the sintered sample.

Gao et al. [32] considered the rapid synthesis of dense Ti_3SiC_2 material by spark plasma sintering. Ti, Si, and TiC powders were mixed in a stoichiometric molar ratio of 1:1:2 and sintered in vacuum (1 Pa) at different temperatures (1125–1400 °C). The heating rate was 100°C/min and the applied pressure varied from 20 to 60 MPa.

The phase composition of the synthesized samples was the Ti_3SiC_2 phase with a small amount of secondary phases – TiC_x and $Ti_5Si_3C_x$, the appearance of which depended on the sintering temperature. Figure A.15 shows diffractograms of samples obtained at a pressure of 20 MPa and different temperatures.

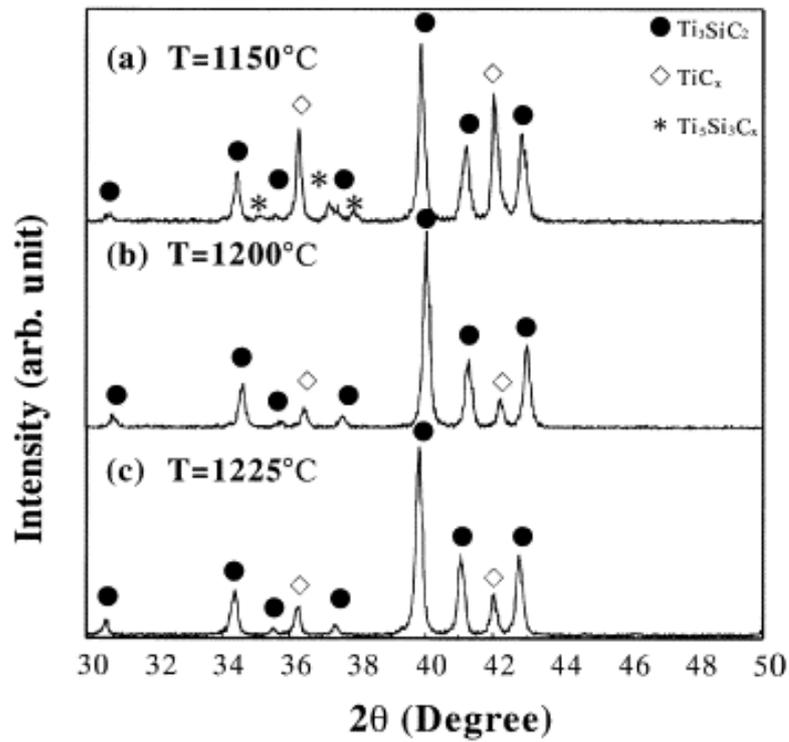


Figure A.15 – Results of X-ray diffraction analysis of samples sintered at different temperatures [32]

Figure A.16 shows the dependence of the carbide phase TiC_x content depending on the sintering temperature.

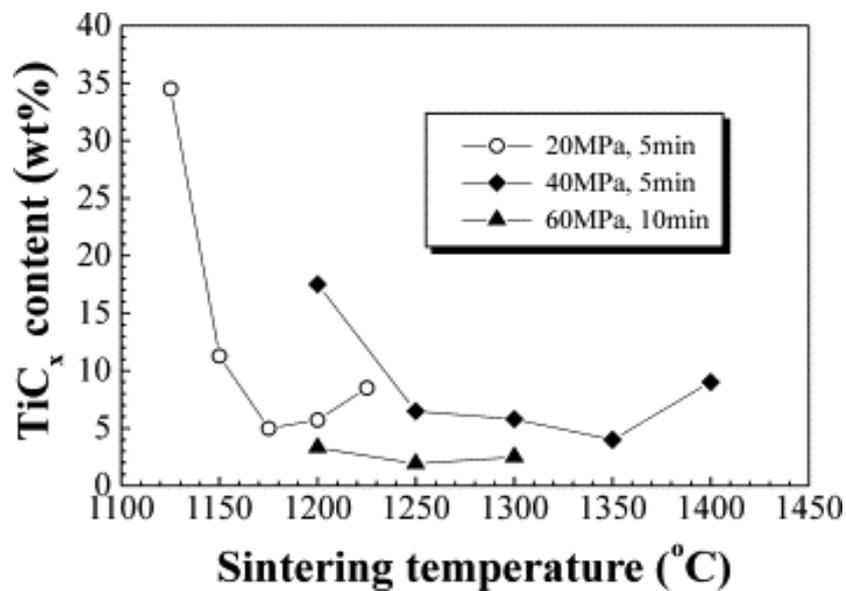


Figure A.16 – The content of the TiC_x phase in the synthesized samples depending on the sintering temperature [32]

Figure A.17 shows the results of scanning electron microscopy of a sample sintered at 1200 °C, 20 MPa for 5. The fine-grained structure consists of medium grains of the Ti_3SiC_2 MAX-phase, the size of which is about 10 μm , the TiC_x carbide phase with a size of 1–2 μm and large black pores, the size of which is about 10 μm , which were formed after etching in place of the $Ti_5Si_3C_x$ phase.

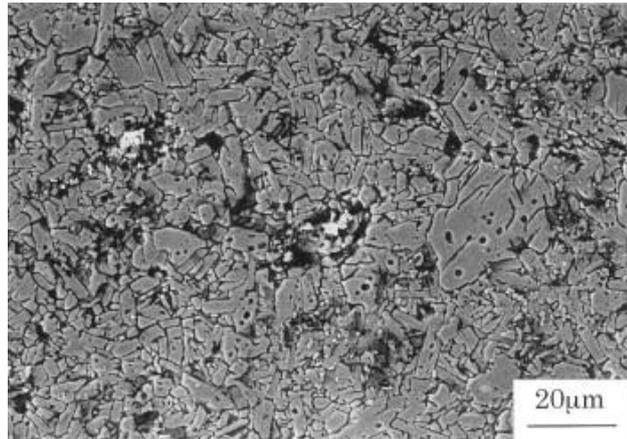


Figure A.17 – SEM-surface results of a sample sintered at 1200 °C, 20 MPa for 5 min [32]

The dependence of the hardness of the tested samples on the applied indentation load for one sample is shown in Figure A.18. It can be seen that at higher loads the microhardness of the material reaches a constant value of 3.2 GPa, such a low hardness value can be explained by the low density of the material.

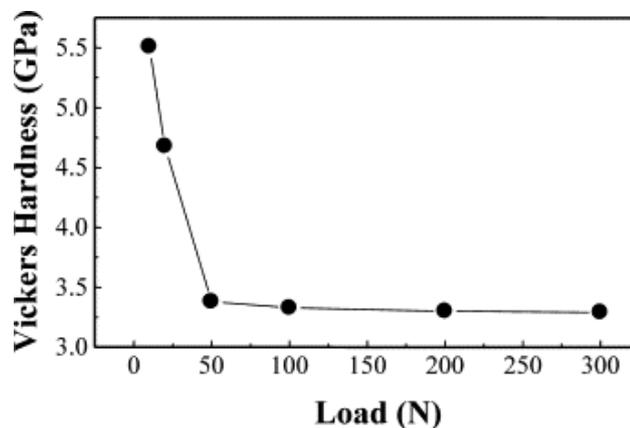


Figure A.18 – Vickers hardness as a function of applied load for a sample sintered at 1200 °C, 20 MPa for 5 min [32]

The production of composite materials based on the Ti_3SiC_2 MAX-phase from preceramic papers by the SPS method has been studied at TPU [33]. The samples were sintered at temperatures 1373-1473 K and sintering pressure – 20, 40, 50 MPa, holding time – 10 minutes. Using the method of hydrostatic weighing the results of the density of the sintered material were obtained, so at a pressure of 20 MPa this value is 3.140 g/cm^3 , 40 MPa – 3.579 g/cm^3 , 50 MPa – 4.039 g/cm^3 . As part of this study, the microstructure of the obtained samples was studied by scanning electron microscopy, the results of which are presented in Figure A.19. It was shown that porous composites are formed at a sintering temperature of 1373 K and a pressure of 20 MPa. This dependence is explained by the fact that this temperature is insufficient for a complete sintering process of the MAX-phase Ti_3SiC_2 . Increasing the temperature to 1437 K makes the sintering process more intense, which leads to a decrease in the porosity of the material. Increasing the pressure at this temperature entails an increase in the density of the MAX-phase, which corresponds to the results of hydrostatic weighing.

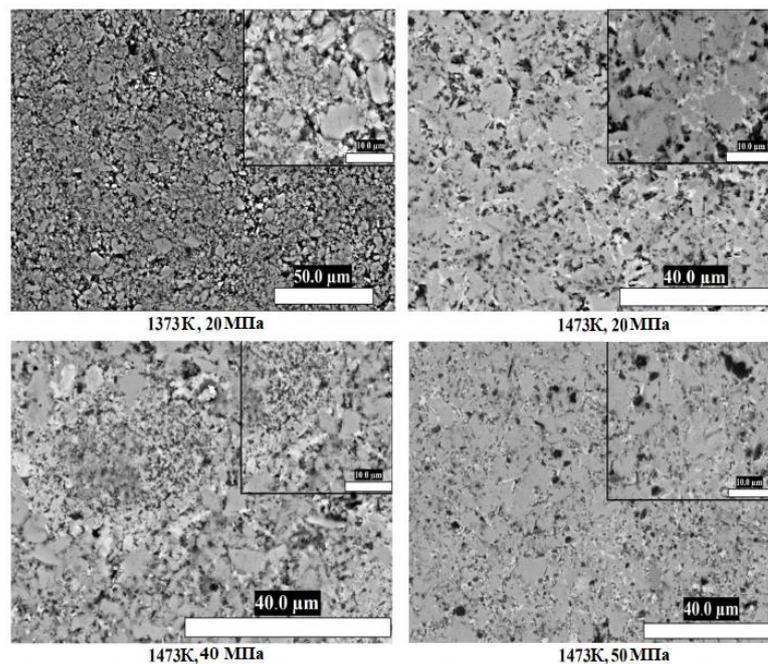


Figure A.19 – SEM-images of the surface of sintered materials based on Ti_3SiC_2

[33]

Based on the reviewed work, it was found that the optimal modes for obtaining composites with high density and MAX-phase content from preceramic papers are: temperature – 1200-1250 °C, pressure – 50 MPa, holding time – 5 min.

As established above, the formation or addition of TiC and Al₂O₃ secondary phases leads to a significant increase in the hardness and ultimate strength of composites based on Ti₃SiC₂ and Ti₃AlC₂. This has led to interest in the creation of functional gradient materials (FGM) based on MAX-phases. They are multifunctional materials whose properties can be optimized by changing their composition and/or microstructure.

In [34], FGMs were obtained from preceramic papers based on the Ti₃Si(Al)C₂ (TSC) and Ti₃Al(Si)C₂ (TAC) MAX-phases by spark plasma sintering. Layout of the initial raw materials and sintering parameters are presented in Table A.9.

Table A.9 – Sample stacking scheme and sintering parameters [34]

Sample	Laying	Sintering parameters
FGM2–2	(2TAC/2TSC) ₆	T=1250°C Heating rate 180°C/min P=50 MPa T=5 min.
FGM3–3	(3TAC/3TSC) ₄	
FGM6–12–6	6TAC/12TSC/6TAC	

Figure A.20 shows a typical X-ray diffraction pattern for FGM3–3 and FGM6–12–6 composites. The analysis showed that the composites have a dense layered structure without any delaminations and pores. The layers of different composition can be distinguished by contrast. The light area corresponds to the TSC layers, and the darker area corresponds to the TAC layers. In addition, the layer stacking and bright stripes at the interfaces between layers and within them are visible.

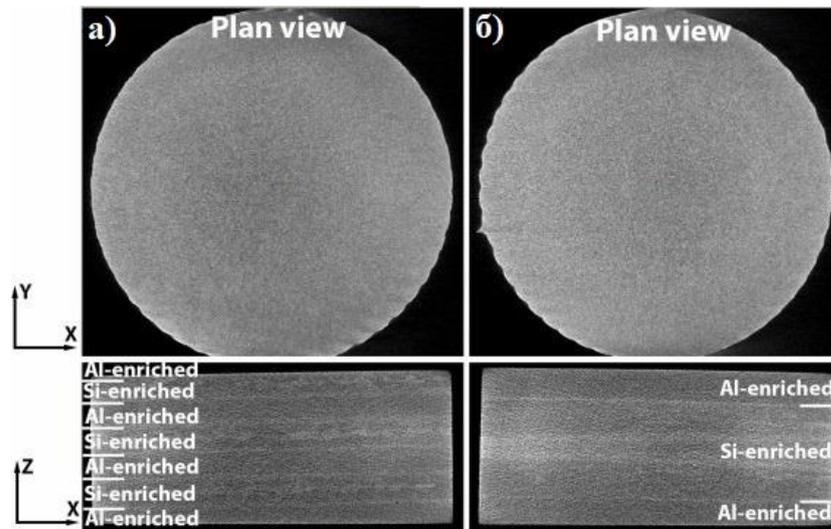


Figure 20 – X-ray image of FGM3-3 (left) and FGM6-12-6 (right) composites [34]

Table A.10 presents the mechanical properties of the obtained composites. Sintered FGMs show high flexural strength. It can be seen that the flexural strength is higher for multilayered FGM 3-3 and FGM 2-2 composites compared to three-layered FGM6-12-6. It is related to the absorption of fracture energy through multiple deflection and branching of cracks at the interfaces of the layers. However, as it was shown, the sintering process leads to the formation of distinct microstructure at the interface between TAC and TSC layers. Additionally, more brittle silicide inclusions are formed, which can also contribute to the deflection of cracks during fracture. The lowest value of the elastic modulus for the FGM 2-2 can also indicate the greater fraction of silicide phases that have a lower elastic modulus. For composites FGM 3-3 and FGM 6-12-6, the elastic modulus is about 320 GPa, which is close to the $Ti_3(Si, Al)_2$ MAX-phases [35]. All tested samples showed about 0.2% strain characteristic of brittle materials.

Table A.10 – Mechanical properties of sintered specimens [34]

Sample	Flexural strength, MPa	Strain, %	Modulus of elasticity, GPa
FGM 2-2	520 ± 50	0.21 ± 0.01	300 ± 30
FGM3-3	660 ± 70	0.24 ± 0.06	325 ± 15
FGM6-12-6	485 ± 35	0.19 ± 0.02	319 ± 3

The weight gain of FGM after 5-hour oxidation in air at 1300°C is shown in Figure A.21. To evaluate the oxidation resistance of FGM composites, their mass gain was compared to the preceramic paper-derived based on $\text{Ti}_3\text{Si}(\text{Al})\text{C}_2$ and $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$. It can be seen that the $\text{Ti}_3\text{Si}(\text{Al})\text{C}_2$ composites exhibit low oxidation resistance (37 mg/cm²). The oxidative mass gain of FGMs was more than 10 times lower due to formation of the laminated structure with outer layers of the aluminum-enriched MAX-phase. Thus, FGM demonstrate high corrosion resistance close to that of composites based on $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$.

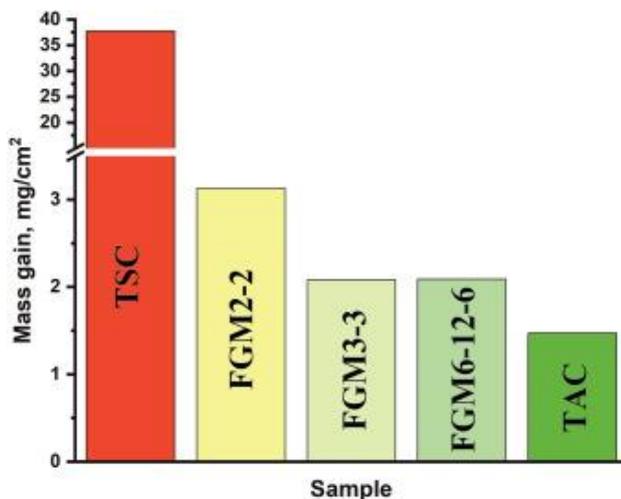


Figure A.21 – Mass gains of FGMs in comparison with paper-derived $\text{Ti}_3\text{Si}(\text{Al})\text{C}_2$ and $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ based composites after air oxidation at 1300 °C for 5 h. [34]

This work, performed at Tomsk Polytechnic University, demonstrated the possibility of creating FGMs by spark plasma sintering of pre-ceramic papers based on the MAX phases $\text{Ti}_3\text{Si}(\text{Al})\text{C}_2$ and $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$. The obtained FGMs demonstrate high mechanical properties, which are determined by the microstructure and composition of individual layers as well as the architecture of the composites. Also, these FGMs have good corrosion resistance in air at a temperature of 1300 °C, which directly depends on the formation of the $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ phase enriched in the outer layer. Thus, the proposed approach to the formation of composites based on preceramic papers by spark plasma sintering can be used to create high-strength corrosion-resistant materials based on MAX phases [34].

List of references

- 1 Сметкин А. А., Майорова Ю. К. Свойства материалов на основе МАХ-фаз (обзор) //Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2015. – Т. 17. – №. 4.
- 2 Клопотов А. А. и др. ОБРАЗОВАНИЕ МАХ-ФАЗ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ //Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2017. – №. 9. – С. 236-244.
- 3 Barsoum M. W. The $M_{N+1}AX_N$ phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates //Progress in solid state chemistry. – 2000. – Т. 28. – №. 1-4. – С. 201-281.
- 4 Radovic M., Barsoum M. W. MAX phases: bridging the gap between metals and ceramics //American Ceramics Society Bulletin. – 2013. – Т. 92. – №. 3. – С. 20-27.
- 5 Barsoum M. W., Radovic M. Elastic and mechanical properties of the MAX-phases //Annual review of materials research. – 2011. – Т. 41. – С. 195-227.
- 6 Radovic M. et al. On the elastic properties and mechanical damping of Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , $Ti_3Si_{0.5}Al_{0.5}C_2$ and Ti_2AlC in the 300–1573 K temperature range //Acta materialia. – 2006. – Т. 54. – №. 10. – С. 2757-2767
- 7 Radovic M., Ganguly A., Barsoum M. W. Elastic properties and phonon conductivities of $Ti_3Al(C_{0.5}, N_{0.5})_2$ and $Ti_2Al(C_{0.5}, N_{0.5})$ solid solutions //Journal of Materials Research. – 2008. – Т. 23. – №. 6. – С. 1517-1521.
- 8 Hettinger J. D. et al. Electrical transport, thermal transport, and elastic properties of M_2AlC ($M=Ti, Cr, Nb, \text{ and } V$) //Physical Review B. – 2005. – Т. 72. – №. 11. – С. 115120.
- 9 Hu C. et al. Microstructure and properties of bulk Ta_2AlC ceramic synthesized by an in situ reaction/hot pressing method //Journal of the European Ceramic Society. – 2008. – Т. 28. – №. 8. – С. 1679-1685.

10 Radovic M. et al. On the elastic properties and mechanical damping of Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , $Ti_3Si_{0.5}Al_{0.5}C_2$ and Ti_2AlC in the 300–1573 K temperature range //Acta materialia. – 2006. – Т. 54. – №. 10. – С. 2757-2767.

11 Manoun B. et al. Synthesis and compressibility of $Ti_3(Al,Sn_{0.2})C_2$ and $Ti_3Al(C_{0.5},N_{0.5})_2$ //Journal of applied physics. – 2007. – Т. 101. – №. 11. – С. 113523.

12 Ложкина Ю. А., Сметкин А. А. Высокотемпературные свойства композиционных материалов на основе карбосилицида титана (краткий обзор) //Master's Journal. – 2016. – №. 2. – С. 114-124.

13 Barsoum M. W. et al. Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti_3SiC_2 to 1 GPa //Nature Materials. – 2003. – Т. 2. – №. 2. – С. 107-111.

14 Radovic M. et al. Effect of temperature, strain rate and grain size on the mechanical response of Ti_3SiC_2 in tension //Acta materialia. – 2002. – Т. 50. – №. 6. – С. 1297-1306.

15 Lis J. et al. New ceramics based on Ti_3SiC_2 //Ceramics International. – 1993. – Т. 19. – №. 4. – С. 219-222.

16 Bao Y. W., Zhou Y. C., Zhang H. B. Investigation on reliability of nanolayer-grained Ti_3SiC_2 via Weibull statistics //Journal of materials science. – 2007. – Т. 42. – №. 12. – С. 4470-4475.

17 Астапов И. А. и др. Исследование структуры и свойств композиционного материала системы Ti-Al-SiC, полученного методом порошковой металлургии //Актуальные проблемы порошкового материаловедения. – 2018. – С. 87-91.

18 Бродниковский Н. П. и др. Структура и механические свойства пористого титанокремнистого карбида Ti_3SiC_2 //Порошковая металлургия. – 2003. – №. 7-8. – С. 109.

19 Фирстов С. А. и др. Влияние состава и пористости спеченных титановых наноламинатов на механические свойства при высоких температурах //Проблемы прочности. – 2006.

20 El-Raghy T., Barsoum M. W. Diffusion kinetics of the carburization and silicidation of Ti_3SiC_2 //Journal of Applied Physics. – 1998. – Т. 83. – №. 1. – С. 112-119.

21 Фирстов С. А., Печковский Э. П., Горбань В. Ф. Прочность и пластичность спеченных материалов на основе титанового наноламината Ti_3SiC_2 //Успехи физики металлов. – 2006.

22 Wang X. H., Zhou Y. C. High-temperature oxidation behavior of Ti_2AlC in air //Oxidation of Metals. – 2003. – Т. 59. – №. 3-4. – С. 303-320.

23 Drouelle E. et al. Microstructure-oxidation resistance relationship in Ti_3AlC_2 MAX phase //Journal of Alloys and Compounds. – 2020. – Т. 826. – С. 154062.

24 Zhang H. et al. Oxidation behavior of porous Ti_3SiC_2 prepared by reactive synthesis //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2018. – Т. 28. – №. 9. – С. 1774-1783.

25 Прихна Т. А. и др. Исследование стойкости к окислению, механических характеристик материалов на основе МАХ-фаз систем Ti–Al–(C, N) и возможности их использования в качестве инструментальных связок и для полирования //Сверхтвердые материалы. – 2014.

26 Yongming L. et al. Synthesis of high-purity Ti_3SiC_2 polycrystals by hot-pressing of the elemental powders //Materials Letters. – 2002. – Т. 52. – №. 4-5. – С. 245-247.

27 Barsoum M. W., El-Raghy T. The MAX phases: Unique new carbide and nitride materials: Ternary ceramics turn out to be surprisingly soft and machinable, yet also heat-tolerant, strong and lightweight //American Scientist. – 2001. – Т. 89. – №. 4. – С. 334-343.

28 Li J. F., Sato F., Watanabe R. Synthesis of Ti_3SiC_2 polycrystals by hot-isostatic pressing of the elemental powders //Journal of materials science letters. – 1999. – Т. 18. – №. 19. – С. 1595-1597.

29 Li J. T., Miyamoto Y. Fabrication of monolithic Ti_3SiC_2 ceramic through reactive sintering of $Ti/Si/2TiC$ //Journal of materials synthesis and processing. – 1999. – Т. 7. – №. 2. – С. 91-96.

30 Столин А. М. и др. Метод свободного СВС-сжатия для получения крупногабаритных плит из керамических материалов //Новые огнеупоры. – 2019. – Т. 1. – №. 5. – С. 100-103.

31 Pazniak A. et al. Dense Ti_3AlC_2 based materials obtained by SHS-extrusion and compression methods //Ceramics International. – 2019. – Т. 45. – №. 2. – С. 2020-2027.

32 Gao N. F. et al. Rapid synthesis of dense Ti_3SiC_2 by spark plasma sintering //Journal of the European Ceramic Society. – 2002. – Т. 22. – №. 13. – С. 2365-2370.

33 El Saeed M. A., Deorsola F. A., Rashad R. M. Influence of SPS parameters on the density and mechanical properties of sintered Ti_3SiC_2 powders //International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2013. – Т. 41. – С. 48-53.

34 Kashkarov E. B. et al. Functionally graded laminated composites fabricated from MAX-phase filled preceramic papers: Microstructure, mechanical properties and oxidation resistance //Journal of the European Ceramic Society. – 2022.