

ОТЗЫВ

официального оппонента о диссертационной работе Шиц Елены Юрьевны «Создание инструментальных алмазосодержащих материалов на полиолефиновых матрицах с заданным комплексом свойств», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение).

Диссертационная работа Шиц Е.Ю. посвящена разработке материалов на основе аморфно-кристаллических полиолефинов, обладающих повышенными износостойкими характеристиками и созданию на их основе качественного и технически эффективного шлифовального инструмента, для широкого использования в машиностроении.

Актуальность темы работы, выбранной диссертантом не вызывает сомнений. С каждым годом увеличивается потребность в качественной обработке (высокой точности и чистоте поверхностей) ответственных изделий в различных областях техники с помощью режущих инструментов. Особое место среди них занимают абразивные инструменты, отличающиеся большим количеством беспорядочно расположенных зёрен в матрице различных по форме с большим количеством режущих кромок. Основная проблема получения долговечных шлифовальных инструментов заключается в эффективном закреплении абразивных частиц в матрице. В качестве матриц используются различные материалы: металлические, керамические, полимерные и металлополимерные, а в качестве абразива твердые порошки циркона, шамота, электрокорунда, нитрида бора, природных и синтетических алмазов др., получаемые различными способами. Однако, несмотря, на большое количество и широкий ассортимент выпускаемого промышленностью обрабатывающего абразивного инструмента, он не достаточно полно удовлетворяет современное производство по многим техническим параметрам, поэтому создание новых типов шлифовальных износостойких инструментов является актуальной проблемой в области материаловедения.

Диссертационная работа Шиц Е.Ю. выполнялась в рамках важных научно-исследовательских проблем и тем, подтверждает ее актуальность.

Среди **новых научных результатов**, нашедших отражение и в содержании положений выносимых автором на защиту, отмечаются следующие: развитая поверхность природного алмаза микрометровой размерности по отношению к полиолефинам обладает структурирующей активностью, видоизменяет надмолекулярную структуру и формирует граничные слои между полимером и алмазным зерном, что приводит к упрочнению композиционного материала; - полимерная аморфно-кристаллическая основа в режиме самозатачивания, сохраняет тонкую структуру и упругие свойства связующего; - усилители адгезии

износостойких алмазосодержащих материалов, приводят к повышению прочностных, триботехнических характеристик, износостойкости и эксплуатационных показателей инструмента на их основе.

Достоверность результатов исследований определяется большим комплексом проведенных исследований с применением современного стандартизованного оборудования, а также статистической обработкой результатов экспериментов.

Диссертационная работа Шиц Е.Ю. представляет несомненный интерес для **науки и практики**. Диссертантом впервые обоснована возможность применения в качестве полимерной основы гибких, эластичных линейных аморфно-кристаллических полиолефинов, для закрепления алмазных частиц природного происхождения, которые обладают особой морфологией и кристаллографической формой. Совмещаемые компоненты, получаемые по разработанным технологиям, формируют на границе раздела фаз переходный слой, приводящий к изменению эксплуатационных характеристик материала в целом. Разработанные диссертантом новые типы материалов обрабатывающего назначения, в виде высоконаполненных шлифовальных инструментов с природными частицами алмазов позволили применять их для обработки стальных и камнецветных поверхностей с различной структурой и твердостью, позволяя при этом улучшить качество обрабатываемых поверхностей и увеличить в разы срок службы. Разработанные способы и технологии получения модифицированных алмазосодержащих полимерных композитов на основе политетрафторэтилена (ПТФЭ) и сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) внедрены в промышленность и реально работают, о чем свидетельствуют акты внедрения, представленные в приложении.

Материалы диссертационной работы Шиц Е.Ю. достаточно широко **апробированы** при участии диссертанта на различных международных, всероссийских научно-технических конференциях, семинарах и симпозиумах.

По теме диссертации **опубликовано** 70 работ, в том числе 15 статей в ведущих реферируемых отечественных и зарубежных журналах и изданиях, определенных Высшей аттестационной комиссией; Получено 4 объекта интеллектуальной собственности - патенты РФ.

Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов, библиографического списка из 241 наименований, 6 приложений. Работа изложена на 257-ти страницах, содержит 50 рисунков и 40 таблиц.

На основании анализа существующих и известных из литературы полимеров - связующих и основных абразивных наполнителей автором сделан **научно-обоснованный выбор** по их совмещению в композите с потенциально высоким уровнем характеристик шлифовального инструмента. Соискатель **обосновал** применение технологии получения алмазосодержащих композитов на полиолефиновой основе. Ему удалось получить новый класс полимерных композиционных материалов (ПКМ)

получения ПКМ на основные физико-механические и эксплуатационные характеристики синтезированных материалов. Были детально исследованы процессы, происходящие в материалах и на их границах с наполнителем, приводящих к появлению у новых ПКМ высоких потребительских характеристик. Разработаны простые и экономичные технологии получения ряда функциональных материалов и исследованы свойства всех полученных ПКМ, определяющие их применение.

Работа является составной частью и выполнялась в рамках и соответствии с различными государственными и отраслевыми научно-техническими программами (о чем есть соответствующие упоминания, как в тексте диссертации, так и в автореферате), а выбранная цель сформулированные научные и технические задачи, подходы, используемые при интерпретации полученных результатов, и выводы соответствуют заявленной теме диссертации

Первая глава диссертации содержит достаточно полный литературный обзор работ известных ученых, посвященных исследованию и разработке инструментальных материалов с использованием различных связующих. При этом работы, связанные с использованием промышленно выпускаемых линейных полиолефинов, таких как ПТФЭ и СВМПЭ в настоящее время отсутствуют. Это связано, прежде всего, с тем, что данные аморфно-кристаллические линейные полимеры обладают рядом специфических свойств, таких как низкая поверхностная энергия и высокая химическая устойчивость. Наличие данных свойств матриц, согласно с современными представлениями создания абразивных материалов, не позволяет создать прочный контакт между компонентами, поскольку прочность закрепления абразивных частиц определяется взаимодействиями, обусловленными силами адгезионной природы или наличием химических связей. Однако диссертантом удалось обосновать перспективность использования полиолефинов в качестве основы для создания композиционных алмазосодержащих материалов инструментального назначения. Для этого представлены основные свойства и характеристики полимеров, технологии переработки. Наряду с этим рассмотрены свойства природных алмазов в сравнении с синтетическими алмазами и другими абразивами. Выявлено, что алмазные порошки природного происхождения обладают преимущественными, по сравнению с абразивными материалами искусственного происхождения, механическими, физическими, теплофизическими, химическими и абразивными свойствами, а также особенной морфологией и кристаллографической формой, имеют многогранную, удлиненную, иглообразную неправильную форму.

Вторая глава содержит данные по свойствам применяемых в работе полимеров и природных алмазов, методам исследования и применяемым технологиям получения композиционных алмазных материалов (КАМ). В качестве полимерных матриц были выбраны промышленно выпускаемые полимеры: СВМПЭ производства ОАО «Томскнефтехим» (ТУ 6-05-18-96-80):

ПТФЭ (фторопласт-4) производства ООО «Кирово-Чепецкого химического комбината им. Б.П. Константинова» (ГОСТ 10007–80).

Для объемного наполнения ПТФЭ и СВМПЭ использовались технические шлифпорошки природных алмазов месторождений республики Саха (Якутия) зернистостей: 125/100 мкм, 80/63 мкм, 63/50 мкм, 50/40 мкм (ГОСТ 9206-85). Порошки алмазов смешивали с полимерами сухим методом и получали шихту с содержанием 10, 20, 30 40 и 50 масс.%. Образцы КАМ на основе ПТФЭ изготавливали методом холодного прессования с последующим спеканием. Образцы на основе СВМПЭ готовили методом горячего прессования (вероятно, предварительно прессовали, хотя об этом нигде не сказано, например, рис. 2 автореферат).

Исследования физико-механических характеристик КАМ на полиолефиновой основе проводились по стандартным методикам на стандартизованном оборудовании. Структурные исследования проводились с использованием методов рентгеновской дифракции, сканирующей дифрактометрии, ИК-спектроскопии, электронной и атомно- силовой микроскопии. Триботехнические испытания проводили без и с применением смазочно- охлаждающей жидкости (воды) на машине трения СМЦ-2 по схеме «цилиндр (вал) – плоскость» с нагрузкой (100, 150, 200 Н) в течение 10...30 мин, скорость вращения вала — 300 об/мин (1 м/с). Шлифовали образцы из стали 40Х НРС 50 и нефрита размером 52×12×10 мм. Использовали алмазосодержащий инструмент $d = 10$ мм и $h = 10$ мм.

Третья глава посвящена технологическим особенностям получения алмазосодержащих материалов и инструментов на основе полиолефинов, их свойства и характеристики.

На основе базовых приемов и требований к созданию пресс-форм сконструированы и изготовлены три вида пресс-форм, которые позволили получать инструмент различных форм в виде кругов, колец, таблеток, цилиндров. При этом не понятен принцип работы многоместной пресс-формы изображенной на рис. 3.2 диссертации и Рис. 3 автореферата, где представлен чертеж одной детали. Кроме этого, в таблице 3.1. представлены размеры и формы шлифовальных инструментов из каталогов (18, 29, 86), хотя написано что из КАМ.

Из таблично представленных технологических этапов получения алмазосодержащих композитов на основе ПТФЭ и СВМПЭ (рис.2) не достаточно ясно видны изменения в технологии, внесенные для создания КАМ.

Глава 4 посвящена исследованию структурной организации композиций на основе ПТФЭ и СВМПЭ и порошков природных алмазов.

Используя метод рентгеновской дифракции установлено, что введение в ПТФЭ и СВМПЭ ППА от 10 до 50 масс. % не влияет на вид характерной рентгенограммы, при этом величины углов дифракции и межплоскостные расстояния в обоих полимерах остаются практически неизменными.

При введении ППА с ПТФЭ не происходит значимых морфологических

кристаллизуется с образованием надмолекулярных структур типа «лент», состоящих из ламелей. Зерна ППА локализованы в полимере и не связаны друг с другом.

Надмолекулярные образования СВМПЭ имеют вид разупорядоченных сферолитов фибриллярного характера, рост которых начинается преимущественно с поверхности алмазных зерен. Морфология СВМПЭ с 30 масс.% ППА, имеет сферолитоподобный характер, при повышении содержания ППА наблюдается разрыхление структуры. Зернистость ППА не оказывает влияния на показатель степени кристалличности алмазосодержащего ПТФЭ, при этом эффективность роста кристаллической фазы СВМПЭ при использовании мелких алмазов выше.

На поверхности алмазных частиц, формируется граничный слой протяженностью от 30 до 150 мкм отличающийся от некристаллизующейся части более высокой степенью упорядоченности структуры, что изменяет соотношение аморфных и кристаллических участков в матрицах. Область вокруг алмазных частиц отличается повышенной кристалличностью, а значит большей упорядоченностью макромолекул ПТФЭ, чем в области самого полимера.

Ввиду различий строения, структуры и технологии переработки, рост надмолекулярных образований при введении ППА осуществляется в ПТФЭ и СВМПЭ различным путем. ПТФЭ сохраняет ленточную вытянутую структуру с плотной упаковкой, и образует скрытокристаллическую форму в виде тонкой межфазной зоны вокруг алмаза, тогда как СВМПЭ, на поверхности алмазных зерен формирует разноразмерные сферолиты, в зависимости от дисперсности, и в 2 раза более протяженный межфазный слой.

Прочность композита на основе данных полимеров и ППА зависит от изменений в надмолекулярной и тонкой структуре.

В пятой главе представлены эксплуатационные показатели и особенности механизма изнашивания алмазного инструмента на полиолефиновых связках.

Для нормальной работы шлифовального инструмента необходимым условием является постоянное естественное обновление рабочей поверхности инструмента за счет изнашивания связующего, удаление из зоны контакта отработанных абразивных зерен и появление на поверхности новых, из объема материала, что является процессом самозатачивания. Считается, что в зоне приложения нагрузки шлифовального инструмента абразивные зерна могут скалываться либо выкрашиваться из матрицы, затем либо вдавливаясь в основу и зашлифовываться или удаляться из зоны трения. Диссертантом были определены оптимальные концентрации, при которых наблюдается процесс самозатачивания инструмента, что составляет 40 масс.% ППА с зернистостью 80/63 мкм для ПТФЭ и от 20 до 30 масс.% с зернистостью 63/50 и 125/100 мкм для СВМПЭ. Показано, что самозатачивание инструмента на основе ПТФЭ и СВМПЭ происходит за счет

способности полиолефиновой основы в процессе шлифования удерживать алмазные зерна определенной зернистости при контактных деформациях.

Кроме этого, диссертантом проведены эксперименты с введением в композит с ПТФЭ дополнительно модификаторов в виде ультрадисперсного неорганического и органического наполнителей. В качестве органического наполнителя выступал - Флуорекс, неорганического – ультрадисперсный β -сиалон. Введение данных модификаторов привело к повышению износостойких свойств инструмента. По моему мнению, процессы изнашивания КАМ должны значительно отличаться от других шлифовальных материалов. Поскольку обычный обрабатываемый материал является трехфазной системой, которая наряду со связующим и абразивным материалом имеет поры. В случае КАМ на основе ПТФЭ и СВМПЭ диссертант фигурирует такими характеристиками как монолитность, однородность, плотность материала.

Глава 6 содержит основные методические принципы создания износостойких алмазосодержащих композитов на основе полимеров низкой адгезии, которые заключаются в выборе способа получения КАМ, поиска оптимального состава и определение условий эксплуатации для разработанных материалов.

Опытно-промышленная апробация разработанных инструментов подтвердила результаты лабораторных исследований и показала, что использование КАМ на основе полиолефинов, открывает дополнительные технологические возможности повышения эффективности процессов шлифования.

Эксперименты показали, что шероховатость всех типов поверхностей, обрабатываемых алмазным инструментом на полиолефиновой основе, находится в диапазоне от 0,3 до 0,7 мкм. В процессе работы удельный расход алмазов составляет 20 до 24 мг/см³, а производительность обработки от 0,01 до 0,025 см³/мин.

Поверхностные дефекты в виде прижогов и трещин отсутствуют даже в условиях сухого трения на любых поверхностях. Установлено, что при обработке стали максимальная температура в зоне контакта инструмента на основе ПТФЭ с обрабатываемой деталью составляет 90°C, а у СВМПЭ – 118°C. Для исключения перегрева материалов, разупрочнения и разрушения композитов рекомендовано в процессе эксплуатации инструментов на полиолефиновой основе использовать смазочно-охлаждающие жидкости (СОЖ).

По диссертационной работе Шиц.Е.Ю имеются следующие замечания.

1. Не понятно, какие материалы обрабатывающего назначения использовались для сравнения в качестве аналогов (выводы 1, 5)?
2. Хотя автор утверждает, что режим термической обработки прессованных алмазосодержащих инструментальных заготовок подобен режиму спекания ненаполненных фторопластов (стр.11). В тоже время на рис. 7 указывает что процесс спекания КАМ

3. Исходя, из каких соображений была выбрана скорость испытания КАМ равная 300 об/мин, когда в «технических возможностях и рекомендациях по эффективному использованию алмазного инструмента на основе ПТФЭ и СВМПЭ» (рис. 6.8 диссертации) для всех видов шлифования (обдирочное, предварительное, тонкое, окончательное) скорость обработки находится в пределах от 35 до 60 м/с.
4. Что понимается под выражением локальное перемещение алмазных частиц из-под поверхностных слоев КАМ на рабочую инструментальную поверхность (научная новизна 4)?
5. Очень интересно, изменяется ли дисперсность алмазных частиц в зоне трения в процессе шлифования? Поскольку, значительное изменение размеров абразивных частиц может свидетельствовать о процессе скалывания, что подтверждает их закрепление в матрице.

Имеются замечания и по оформлению диссертации. В диссертации не представлен перечень условных обозначений, которые использует в описании, что создает большие трудности при ознакомлении с ней. С трудом нашел, что подразумевается под сокращением РТМ (вывод 1). Оказывается, что РТМ – Руководящий технический материал. В работе не представлены выводы к каждой главе. Под таблицами нет расшифровок используемых обозначений (например, таблицы 1.6, 5.1, 5.2), не проставлены единицы измерений (например, рис 3.3, 3.5).

В тексте диссертации имеются орфографические ошибки, неудачные формулировки и сложные грамматические конструкции (например, вывод 8.). В автореферате на рис. 7 «Значения степени кристалличности ПТФЭ и СВМПЭ и КАМ на их основе в зависимости от концентрации и зернистости ППА» представлены в виде графиков без представления численных значений (таблица не читаема).

Однако приведенный здесь список замечаний и вопросов носит дискуссионный и редакционный характер, в целом же рассматриваемая работа характеризуется логичностью, грамотной внутренней структурой и постановкой цели и задач исследований.

Представленный в диссертации реферат отражает основное содержание работы, в нем приведены признаки научной новизны практической значимости, другие характеристики работы, основные полученные автором результаты и выводы, совпадающие с текстом диссертации. Список литературы в автореферате полно представляет работы, опубликованные автором.

1. Заключение

Диссертационная работа Шиц Елены Юрьевны «Создание инструментальных алмазосодержащих материалов на полиолефиновых матрицах с заданным комплексом свойств», представленная на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.09-Материаловедение (машиностроение), является законченной научно-

научной проблемы - создания обрабатывающих инструментов с высокими эксплуатационными характеристиками за счет совмещения полимеров, обладающих низкой адгезией с наполнителем в виде химически инертных частиц порошков природного алмаза различной дисперсности.

Представленная работа по своей актуальности, научной новизне, практической значимости степени обоснованности научных положений и выводов, достоверности полученных результатов, уровню апробации и опубликованию основных защищаемых положений в печати диссертационная работа Шиц Е. Ю. соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ №842 от 24.09.2013 г., предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор Шиц Елена Юрьевна заслуживает присуждения ей ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.09-Материаловедение (машиностроение).

Официальный оппонент,
старший научный сотрудник лаборатории «Химии полимеров»,
ФГБУН Байкальский институт природопользования
Российской академии наук
Адрес: 670047, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой 6
доктор технических наук,
Рогов Виталий Евдокимович
т.8 902 4585 030, e-mail: rogov54v@mail.ru
«08» апреля 2015 г.

Подпись официального оппонента д.т.н., доц., Рогова В.Е. заверяю