

"УТВЕРЖДАЮ"

21.0. Директор ФГБУН Институт физики прочности
и материаловедения СО РАН
член-корреспондент РАН

Исахьё С.Г.

« _____ 2015 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию

Шиц Елены Юрьевны

**«Создание инструментальных алмазосодержащих материалов на
полиолефиновых матрицах с заданным комплексом свойств», представленную
на соискание ученой степени
доктора технических наук по специальности
05.16.09 – Материаловедение (машиностроение)**

Разработка основ создания износостойких абразивсодержащих материалов и инструментов с устойчивым, постоянно обновляющимся рельефом рабочей поверхности, и высокими физико-механическими, триботехническими и эксплуатационными характеристиками нового поколения на основе аморфно-кристаллических полиолефинов **является актуальной задачей.**

В инструментальной промышленности практически не востребованными остаются аморфно-кристаллические линейные полиолефины, которые активно используются при создании износостойких материалов триботехнического назначения. Это обусловлено отсутствием научно обоснованного подхода к разработке новых типов полимерных матриц для инструментальных материалов, обеспечивающих не только высокие физико-механические и антифрикционные характеристики, но и безвредные, малоотходные технологии переработки новых типов инструментов. Подобная задача требует методического материаловедческого подхода, заключающегося в определении параметров технологии получения композитов, изучении закономерностей формирования структур на границе раздела фаз и выявлении надмолекулярной структуры композитов, соответствующей наиболее высоким физико-механическим, триботехническим и эксплуатационным характеристикам, что является предметом исследования, представленного в данной диссертационной работе.

Научная новизна.

- Разработан научно-методический подход к созданию износостойких композиционных материалов и инструмента с высокой и стабильной работоспособностью на основе аморфно-кристаллических полиолефиновых матриц и частиц природного алмаза.

- Установлено, что упрочнение композиционного материала (полиолефиновая матрица - природный алмаз) обусловлено формированием граничных слоев различной протяженности между полимером и алмазным зерном, определяющих структурообразование композита.
- Показана роль полимерной аморфно-кристаллической основы в реализации режима самозатачивания, базирующегося на способности связующего сохранять структуру и упругие свойства, присущие ненаполненному полимеру и способствовать тем самым локальному перемещению алмазных частиц из подповерхностных слоев композита на рабочую инструментальную поверхность.
- Впервые разработан системный подход к совместному использованию компатибилизаторов неорганической и органической природы при создании износостойких алмазосодержащих материалов, применение которых приводит к повышению прочностных, триботехнических характеристик и износостойкости композиционных материалов, а также к росту эксплуатационных показателей инструмента на их основе.

Практическая значимость полученных результатов связана с тем, что в рамках разработанного в диссертационной работе системного материаловедческого подхода:

- Разработаны составы композитов на полиолефиновой основе (СВМПЭ и ПТФЭ), содержащей порошки природных алмазов, установлена область технической эффективности инструмента на их основе, доведены до практического использования на предприятиях Республики Саха (Якутия).
- Разработан расчетно-экспериментальный способ определения качества инструментальных материалов на полимерной основе, основанный на расчете количества активных зерен (АЗ) на рабочей поверхности круга в его исходном состоянии и после трения. Показано, что количество АЗ на поверхности алмазного инструмента можно использовать как критерий сравнительной оценки работоспособности, а разработанный подход применять для контроля качества серийных шлифовальных и разрабатываемых материалов на полимерной основе.
- Дополнена существующая производственная цепочка добычи, обогащения, обработки алмазного сырья выпуском инструментов на основе полиолефинов с использованием производимых в РФ технических шлифпорошков природных алмазов.

Обоснованность и достоверность полученных в диссертационной работе результатов обеспечивается системным подходом к исследованиям с привлечением современных, преимущественно стандартизованных экспериментально-аналитических методов испытаний; совпадением данных лабораторных и опытных испытаний в промышленных условиях.

Структура диссертации. Работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, 6 приложений.

В первой главе изложены теоретические основы создания и данные о практическом опыте применения инструментальных алмазосодержащих материалов на основе полимеров. Показано, что система «основа-связка» является основным элементом композитов обрабатывающего назначения, их качественной характеристикой, определяющей свойства и области их применения. Разработка инструментальных материалов на полимерной основе до настоящего момента ориентирована, как правило, на использование аморфных связующих которым присущи недостаточная динамическая прочность и термостойкость, низкие износостойкость и химическая стойкость, что снижает долговечность инструмента. Им также свойственно отсутствие стабильного самозатачивания и необходимость периодической правки, что приводит к снижению производительности. Алмазосодержащие композиты на основе аморфных полимеров требуют введения в технологический процесс дополнительных стадий, что влечет разработку новых регламентов их переработки. Путем анализа, существующего в настоящий момент набора инструментальных материалов, автором работы показано, что резерв повышения эксплуатационных свойств алмазных инструментов заложен в поиске нетрадиционных полимеров, обладающих уникальным набором физико-механических свойств, ударопрочностью, износостойкостью, сочетающимися с высокими антифрикционными свойствами и гидрофобностью, химической стойкостью к большинству агрессивных сред. Основой для разработки алмазного шлифовального инструмента могут являться промышленно выпускаемые линейные полиолефины: политетрафторэтилен (ПТФЭ) и сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ). Показано, 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. Установлено, что создание износостойких композитов будет определяться не только свойствами полиолефинов, но и свойствами природных алмазных порошков, их зернистостью и концентрацией, а также зависеть от условий, приводящих к формированию упорядоченных прочных структур при кристаллизации алмазонаполненных полиолефинов, как на межфазной поверхности, так и в объеме композита. Глубокий анализ высоконаполненных алмазосодержащих композитов на основе полиолефинов позволил автору сформулировать и решить целый ряд проблемных задач и разработать высокоресурсный алмазный инструмент нового поколения.

Во второй главе работы даны характеристики объектов и методики исследований, сформулированы требования к выбору материалов, описаны типы и размеры образцов, условия проведения триботехнических испытаний. Описаны методы определения эксплуатационных параметров материалов и инструментов, виды физико-механических и структурных исследований. Исследован широкий спектр композиций на основе ПТФЭ и СВМПЭ, содержащий 10, 20, 30 40 и 50 масс. % порошков природных алмазов (ПА), что позволило обосновать

оптимальные составы композиций инструментального назначения. Структурные исследования проведены с использованием современных методов рентгеновской дифракции, сканирующей дифрактометрии, ИК-спектроскопии, электронной и атомно-силовой микроскопии.

Третья глава работы посвящена исследованию технологических особенностей получения алмазосодержащих материалов и инструментов на основе полиолефинов. В материаловедении особое значение придается влиянию технологических режимов на формирование структуры и свойств материала. Высокая вязкость как ПТФЭ, так и СВМПЭ, наличие в полимерах наполнителя с высочайшей абразивной способностью, исключают традиционные для термопластов высокопроизводительные методы переработки. В работе впервые получены теплофизические, физико-механические, прочностные и эксплуатационные характеристики алмазосодержащих композитов на основе ПТФЭ и СВМПЭ, позволившие определить этапы процесса и их технологические условия, приводящие к формированию изделий с наиболее высокой прочностью и износостойкостью. Выявлены и отработаны особенности технологий получения бездефектных и однородных алмазосодержащих композиций на основе ПТФЭ и СВМПЭ. Показано, что соблюдение условия более медленного нагрева и охлаждения алмазосодержащего СВМПЭ, также как и при переработке алмазосодержащих композитов на основе ПТФЭ, приводит к повышению прочности и износостойкости алмазосодержащих материалов на полиолефиновой основе. Последовательная реализация разработанных способов переработки алмазосодержащих материалов на полиолефиновой основе позволила с незначительными производственными потерями исходных компонентов изготовить качественный инструмент в виде кругов, колец, таблеток, цилиндров, номенклатура, форма, типы и размеры которых соответствуют серийно-выпускаемым и превосходят аналоговые материалы по износостойкости.

Четвертая глава посвящена исследованию структурных аспектов формирования алмазосодержащих композитов на основе политетрафторэтилена и сверхвысокомолекулярного полиэтилена. Эксплуатационные характеристики абразивного инструмента определяются в значительной степени структурой матрицы. Поэтому при разработке износостойких инструментов особенно важно изучение явлений, сопровождающих совмещение в композите разномодульных веществ с четко выраженной границей раздела фаз. Автором проведен тщательный анализ структурных изменений (кристалличности, наличия фаз, надмолекулярной структуры) при наполнении матриц различным содержанием и размером природного алмазного порошка. Показана разница в формировании надмолекулярной структуры композитов на основе ПТФЭ и СВМПЭ, определяемая индивидуальным строением молекул и условиями кристаллизации композиций (полимерных смесей). Важным моментом является доказательство наличия

кристаллических межфазных слоев на границе раздела аморфно-кристаллической матрицы и алмазных зерен.

Эволюция структуры алмазосодержащих композитов на основе полиолефинов дает возможность оценить влияние концентрации и зернистости алмазной составляющей на прочность композита и эксплуатационные свойства инструмента и определить оптимальные параметры алмазных порошков с целью практических рекомендаций.

Пятая глава посвящена изучению эксплуатационных показателей изнашивания алмазного инструмента на полиолефиновых матрицах. При создании абразивных материалов устанавливаются и анализируются параметры работоспособности инструмента на их основе: производительность, удельный расход алмазов и шероховатость обрабатываемых поверхностей. При этом алмазоудержание является основным показателем качества абразивного материала. Установлено, что качественным показателем степени алмазоудержания в ПТФЭ и СВМПЭ служит относительное изменение количества активных зерен в полимере-основе в процессе эксплуатации инструмента. В работе показано, что разработанный алмазосодержащий материал на основе СВМПЭ обладает износостойкостью, превышающей в 2,8-4,2 раза износостойкость известных аналогов и обеспечивающий значительно более высокое качество обработки. Сравнительный анализ алмазосодержащих композитов на полиолефиновой основе показал, что по износостойкости композит на основе СВМПЭ значительно превосходит алмазосодержащий ПТФЭ, при этом в его составе на 10 масс. % снижена концентрация алмазного порошка, что дополнительно экономит алмазное сырье. В работе дополнительно предложен способ увеличения адгезии полиолефиновой матрицы и алмазного зерна введением в алмазосодержащий ПТФЭ ультрадисперсного неорганического и органического наполнителей, что привело к повышению его износостойкости по сравнению с алмазосодержащим материалом в 1,2-1,7 раз при обработке стальных и в 3-5 раз камнецветных материалов. В результате определения параметров технологии получения, физико-механических, триботехнических свойств, состава, структуры алмазосодержащих композитов эксплуатационных характеристик инструментов на основе ПТФЭ и СВМПЭ решена проблема создания нового класса износостойких материалов функционального назначения с рациональным использованием присущих аморфно-кристаллическим полиолефинам и природным алмазам индивидуальных свойств.

Глава шестая посвящена опытно-промышленным испытаниям разработанных алмазосодержащих композитов на полиолефиновой основе. Показано, что способность инструмента на полиолефиновой основе осуществлять процесс обработки в режиме самозатачивания можно определять по показателю количества активных алмазных зерен на рабочей поверхности до и после трения. Правильно подобранный состав и зернистость алмазных порошков композита

гарантируют высокое количество активных зерен на рабочей поверхности и, как следствие, длительную работоспособность алмазного инструмента. Опытная апробация инструментов на основе алмазосодержащих полиолефинов показала их соответствие требованиям, предъявляемым к этому типу материалов. Технический эффект от применения обеспечивается износостойкостью, наличием развитого рабочего профиля, эксплуатационной стабильностью при обработке материалов различной природы, совместимостью со смазочно-охлаждающими жидкостями без потери долговечности и физиологической безвредностью в процессах шлифования. Применение разработанных материалов повышенной износостойкости, содержащих природный алмазный порошок, определяет новый уровень технологических процессов шлифования различных материалов и обеспечивает устойчивое развитие обрабатывающих отраслей промышленности РФ.

Наиболее важными результатами настоящего исследования следует отметить следующие:

- разработаны высоконаполненные шлифовальные материалы нового поколения на полиолефиновой основе с высокой прочностью и износостойкостью в разы выше, чем у аналогов;
- отработаны режимы технологии получения структурно однородных высоконаполненных композитов инструментального назначения на основе ПТФЭ и СВМПЭ с учетом индивидуальных характеристик этих полимеров;
- проанализированы параметры работоспособности алмазного инструмента на основе полиолефиновой матрицы и определены оптимальные составы композитов, обеспечивающие максимальный уровень эксплуатационных свойств разработанных инструментов, работающих в режиме самозатачивания;
- проведены опытно-промышленные испытания инструментов на основе алмазосодержащих полиолефинов, показано их соответствие требованиям, предъявляемым к этому типу материалов.

В качестве замечаний по диссертационной работе можно указать следующее.

- Вопрос о роли надмолекулярной структуры в формировании абразивной износостойкости композитов как на аморфной, так и аморфно-кристаллической матрицах, в настоящее время в научной литературе остается до конца не выясненным. Поэтому заключение о стимулировании упорядочивания структуры полиолефинов крупными зернами алмазов (десятки микрон) является скорее дискуссионным, требующим более глубокой проработки в сравнении с микронными и ультрадисперсными наполнителями.

- согласно многочисленным исследованиям надмолекулярных структур наполнение полиолефиновых матриц частицами разных размеров (нано, ультрадисперсные, микро) приводит к уменьшению степени кристалличности композиций, определенной методом дифференциальной сканирующей калориметрии (интегральный метод). Увеличение кристалличности композиций на полиолефиновой основе с крупным алмазным наполнителем, определенной

методом рентгеновской дифрактометрии, скорее всего, следует связывать только с межфазным слоем (мезофазой) у поверхности алмазных зерен (глава 4). Уменьшение размеров сферолитов в СВМПЭ при увеличении объема наполнителя не является прямым следствием роста степени кристалличности композиций, скорее наоборот.

Указанные замечания не меняют выводов и не влияют на общую высокую оценку диссертации.

В целом в диссертации представлен единый грамотный комплексный подход к решению важной практической задачи – разработке композитов нового поколения инструментального назначения на полиолефиновой основе с использованием порошков природных алмазов,кратно повышающих ресурс работы обрабатывающего инструмента. Работа выполнена на высоком научном уровне, ее результаты имеют широкое прикладное значение и могут быть использованы в отраслях, требующих применения материалов с высокой абразивной износостойкостью (например, рудодобывающая промышленность).

Результаты выполненных исследований, составившие диссертацию, полностью опубликованы в авторитетных российских и международных научных журналах и защищены патентами. Автореферат полностью отражает содержание диссертации. Диссертация **«Создание инструментальных алмазосодержащих материалов на полиолефиновых матрицах с заданным комплексом свойств»** является законченным научным исследованием, отвечает требованиям «Положения о присвоении ученых степеней» П. 9, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора технических наук, а ее автор Е.Ю. Шиц заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.09 – материаловедение (машиностроение).

Отзыв обсужден и одобрен на семинаре лаборатории механики полимерных композиционных материалов (протокол № 5 от 03.04.2015г.).

Председатель семинара

доктор технических наук, профессор,
заместитель директора по научной работе,
заведующий лабораторией «Механика
полимерных композиционных материалов»

Панин Сергей Викторович

Секретарь семинара

Старший научный сотрудник,

кандидат физико-математических наук

Корниенко Людмила Александровна

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
«Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук» (ИФПМ СО РАН)

Адрес: 634055, г. Томск, пр-т Академический, д. 2/4
Телефон: +7 (3822) 49-18-81, E-mail: root@ispms.tomsk.ru