

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор
федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Институт высокомолекулярных
соединений РАН
член-корр. РАН

Люлин С.В.

декабря 2019 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации о диссертационной работе

Хаширова Азамата Аскеровича на тему «Влияние технологических режимов FDM-печати на свойства изделий из полифениленсульфона и его композита с дискретным углеродным волокном», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 02.00.06 -высокомолекулярные соединения

Аддитивные технологии меняют традиционно сложившиеся подходы к обработке материала и являются одним перспективных направлений новых производственных технологий. Данная технология позволяет создавать сложные геометрические изделия, которые невозможно получить при использовании традиционного производственного процесса (литьевое формование, прессование). Несмотря на то, что многие характеристики, касающиеся аддитивных технологий, все еще нуждаются в оценке, исследовании и полном понимании (в отношении материалов, машин, программного обеспечения, последующей обработки и т.д.), несомненно, что этот экономичный и экологичный метод переработки, позволяющий производить более легкие и более эффективные изделия, получит все большее распространение во многих областях машиностроения, авиации, космоса и медицины.

В связи с этим, исследования в области определения влияния технологических параметров 3D-печати на физико-механические свойства полимерных материалов весьма существенны для направленного получения 3D изделий с заданным эксплуатационным ресурсом.

Выбор в качестве объекта исследования полифениленсульфона и угленаполненного композита на его основе, несомненно, перспективен. Благодаря удачному сочетанию физико-химических, механических, термических и других ценных свойств этот суперконструкционный термопласт находит широкое применение в стратегически важных отраслях промышленности. Кроме того, следует отметить, что в последнее время наблюдается увеличение спроса на композиционные материалы на основе термопластичных полимерных матриц и углеродного волокна. Однако, в настоящее время свойства используемых полимеров и композитов на их основе, доступных для аддитивных технологий, не удовлетворяют требованиям для изготовления функциональных изделий специального назначения, предназначенных для работы в условиях высоких температур и нагрузок.

В этой связи, выявление влияния технологических режимов 3D-печати методом послойного наплавления (FDM) на свойства изделий из полифениленсульфона и композитов на его основе с дискретным углеродным волокном, является важной научной и практической задачей, решение которой необходимо для развития современных научных представлений, что обуславливает **актуальность** диссертационной работы Хаширова А.А.

Диссертационная работа А.А. Хаширова изложена на 124 страницах, состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, обсуждения результатов, заключения и списка литературы, содержащего 127 наименований. Работа хорошо иллюстрирована, содержит 64 рисунка и 15 таблиц.

Во введении обосновывается актуальность темы диссертации, сформулирована основная цель работы, научная новизна, практическая ценность, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В обзоре литературы, представленном четырьмя разделами, рассмотрено общее описание известных к настоящему времени технологий 3D-печати, представлены полимерные материалы, использующиеся в настоящее время в технологии FDM, их характеристики и особенности печати, основное внимание уделено суперконструкционным полимерам, проанализированы результаты исследований в области разработки полимерных

композиционных материалов для 3D-печати и изучено влияние технологических режимов печати на свойства формирующихся изделий. Аргументированным выводом по результатам анализа литературных данных является заключение о необходимости изучения особенностей 3D-печати суперконструкционных полимеров и композитов на их основе, что соответствует последним достижениям в этой области.

В экспериментальной части описаны объекты исследования и их характеристики, изложены методы изготовления образцов для испытаний 3D-печатью на промышленном FDM принтере фирмы «Stratasys» (США) модель «Fortus 400mc» и литьем, методика получения угленаполненного полифениленсульфона и нити для печати из него, достаточно подробно описаны варьируемые параметры укладки нитей при FDM-печати. Приведены методы исследования структуры, реологических, термических, физико-механических свойств экспериментальных образцов.

Глава 3 представляет собой обсуждение полученных результатов. В первом разделе представлены данные по исследованию влияния углов укладки (ориентации) нитей при печати на физико-механические свойства напечатанных образцов из полифениленсульфона и угленаполненного композита на его основе. С использованием физико-механических методов исследования изучено влияние режимов печати в продольном и поперечном направлении ориентации нитей на свойства 3-х мерных изделий. Сравнение физико-механических свойств напечатанных образцов выявило, что образцы, напечатанные с продольной ориентацией, демонстрируют наиболее высокие физико-механические свойства по сравнению с поперечной ориентацией. Важную практическую значимость имеет полученный диссертантом результат, что печать со смещением формирует более плотную упаковку изделия, позволяющую повысить его ударную вязкость. Несмотря на более низкую ударную вязкость изделий, полученных методом FDM, по сравнению с литьевыми, нельзя не отметить, что, варьируя режимы печати, диссертанту

удалось довести значения упруго-прочностных свойств напечатанных образцов полифениленсульфона практически до свойств литевых.

В этом же разделе переходя к печати полифениленсульфона, наполненного углеволокном, автор обнаруживает особенности, которые детально рассматривает и дает им объяснение. В результате анализа реологических и газохроматографических данных, измерения плотности образцов, микроскопических исследований А.А.Хаширов выявил и интерпретировал возможные причины слияния растров в напечатанных из угленаполненного композита образцах.

Сделав заключение, что межрастровое сцепление оказывает большое влияние на свойства напечатанных образцов автор логично переходит к следующему этапу исследований, изложенному в разделе 3.2 и посвященному изучению влияния степени межрастрового сцепления на физико-механические свойства напечатанных образцов из полифениленсульфона и композита на его основе. В этом разделе 3.2 диссертант для выяснения роли межрастровых зазоров при различных углах ориентации нитей, заданных в предыдущем разделе, меняет значения зазоров в пяти последовательностях, обеспечивая тем самым наложение укладываемой нити на предыдущую на заданные величины. Уменьшение зазоров позволяет автору обеспечить более эффективную передачу напряжения от раstra к раstrу и достигнуть свойств, значительно превосходящих свойства литевого полифениленсульфона. В случае композиционного материала диссертант показал, что влияние зазоров не так существенно и это обусловлено наличием множества концентраторов напряжения из-за присутствия наполнителя и отсутствием должного уплотнения, что приводит в итоге к получению пористой дефектной структуры. Важно отметить подробное обсуждение диссертантом каждого наблюдаемого явления и определение оптимальных режимов печати как для полимерной матрицы, так и для угленаполненного композита.

Следующий раздел 3.3 третьей главы посвящен исследованию влияния высоты слоя и ширины нити на физико-механические свойства напечатанных

образцов из полифениленсульфона и угленаполненного композита на его основе. В результате анализа экспериментальных данных автор заключает, что в большинстве случаев образцы, напечатанные с большей высотой слоя, имеют более высокие механические свойства, а увеличение ширины раstra приводит к снижению механических свойств. Предложенные в диссертации объяснения изменения механических свойств напечатанных изделий в зависимости от высоты слоя и ширины раstra вполне логичны и подтверждаются приведенными микроснимками срезов напечатанного изделия.

В разделе 3.4 диссертации обсуждаются результаты исследования физико-механических свойств образцов из полифениленсульфона и угленаполненного композита на его основе, напечатанных с сетчатым заполнением. Экспериментально определены режимы, позволяющие при сетчатом заполнении получить изделия с достаточно высокими упруго-прочностными свойствами. Работы, проведенные в этом разделе диссертации, представляют значительный практический интерес, так как позволяют облегчить изделие, сократить количество затрачиваемого материала и время печати.

Все разделы третьей главы отличаются детальным обсуждением и логичностью интерпретации результатов физико-механических, реологических, микроскопических, газохроматографических данных. В каждом разделе автор обобщает экспериментальные данные и указывает на отличительные особенности печати и свойств ненаполненной матрицы и композита. Здесь хочется отметить умелое использование диссертантом комплекса физико-механических методов диагностики, хроматографического анализа и данных электронной микроскопии полученного изделия.

В результате анализа и обобщения полученных результатов диссертант заключает, что путем варьирования параметров печати возможно достижение напечатанными образцами свойств литьевых. Безусловно, это один из **наиболее важных результатов** диссертационной работы. Нельзя не отметить, что при некоторых режимах печати автору даже удалось получить напечатанные изделия, превышающие по своим упруго-прочностным свойствам литьевые изделия.

Используя выявленные в диссертационной работе оптимальные режимы FDM печати в ООО «Инженерный центр «Апрель» (Москва) были успешно напечатаны изделия сложной геометрии, которые продемонстрировали улучшенные физико-механические свойства, что еще раз подчеркивает **практическую ценность** полученных в работе результатов.

Работа Хаширова А.А. хорошо структурирована, обладает внутренним единством, является обширным по объему и количеству экспериментальных данных исследованием. Широкий спектр проведенных автором исследований представляет **научную значимость** для совершенствования формования изделий из полимерных материалов, получаемых методом FDM и построения теоретических основ прогнозирования их свойств.

Полученные в ходе работы результаты могут быть рекомендованы к использованию в научно-исследовательских и производственных коллективах, занимающихся разработкой и переработкой полимеров и полимерных композиционных материалов, например в Институте нефтехимического синтеза им.А.В. Топчиева РАН, Российском химико-технологическом университете им. Д.И. Менделеева, Волгоградском государственном техническом университете, Институте элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Институте синтетическим полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, ОАО "Институт пластмасс имени Г.С. Петрова" и др.

Результаты диссертационной работы достоверны и ее выводы являются обоснованными, поскольку основываются на грамотном анализе большого экспериментального материала. Итоги работы соответствуют поставленной цели и задачам. Работа прошла апробацию и получила положительную оценку на семи российских и международных конференциях. По материалам диссертации опубликовано 6 статей в рецензируемых изданиях, в том числе в ведущих мировых журналах Rapid Prototyping Journal и High Performance Polymers, получено 2 патента РФ. Автореферат и публикации полностью отражают содержание диссертации.

По работе имеются следующие замечания:

1. В диссертации приведены снимки образцов с излишками материала, напечатанных только при продольной ориентации. Наблюдается ли образование излишков и при других ориентациях печати?

2. При минимальном значении зазоров образцы имеют близкие упруго-прочностные свойства независимо от ориентации, однако значения ударной вязкости существенно различаются. Почему, если происходит значительное сплавление растров в образце?

3. Автор в работе не отражает, как изменяется пористость напечатанных образцов в зависимости от изменения режимов печати и введения углеволокна, хотя данный показатель является очень важным при FDM-печати.

4. Неясно, за счет чего режим смещения для продольной ориентации при нулевом зазоре дает высокую ударную вязкость?

5. В работе констатируется, что в ряде случаев свойства напечатанных образцов превосходят свойства литевых, однако не упоминается об анизотропии свойств напечатанных образцов. На самом деле, свойства 3D-изделий в других, не приведенных в работе направлениях испытания будут, скорее всего, ниже свойств литевых.

6. Немаловажным было бы оценить влияние концентрации углеродного наполнителя на поведение композита из полифениленсульфона при FDM-печати.

Указанные замечания не затрагивают существа работы, основных результатов и выводов диссертации А.А. Хаширова, поскольку она является завершенным исследованием, обладающим научной новизной и практической значимостью.

Представленная диссертационная работа соответствует паспорту специальности 02.00.06 – высокомолекулярные соединения по п. 8. «Усовершенствование существующих и разработка новых методов изучения строения, физико-химических свойств полимеров в конденсированном состоянии и других свойств, связанных с условиями их

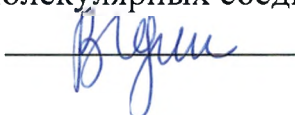
эксплуатации» и п. 10. «Решение технологических и экологических задач, связанных с первичной и вторичной переработкой полимерных материалов».

На основании вышеизложенного можно заключить, что диссертационная работа «Влияние технологических режимов FDM-печати на свойства изделий из полифениленсульфона и его композита с дискретным углеродным волокном» представляет собой научно-квалификационную работу, по уровню проведенных исследований, актуальности выбранной темы, степени обоснованности научных положений и выводов удовлетворяет всем требованиям, установленным пунктом 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, ред. от 21 апреля 2016 г. № 335), а ее автор Хаширов Азамат Аскерович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Работа обсуждена и одобрена на расширенном научном семинаре 22 ноября 2019 г. в ФГБУН Институт высокомолекулярных соединений РАН, протокол № 5 от 22.11.2019 г.

Отзыв составлен д.ф.м.н. В.И. Юдиным и к.т.н. Г.В. Вагановым

к.т.н., с.н.с. лаборатории
«Механика полимеров и композиционных материалов»
ФГБУН Институт высокомолекулярных соединений
Российской академии наук  Ваганов Глеб Вячеславович

д.ф.-м.н., доцент, г.н.с.,
руководитель лаборатории
«Механика полимеров и композиционных материалов»
ФГБУН Институт высокомолекулярных соединений
Российской академии наук  Юдин Владимир Евгеньевич

Адрес организации:
199004, Санкт-Петербург,
В. О. Большой пр. 31
Лаборатория механики полимеров и композиционных материалов
Тел.: раб. +7 (812)323 50 65
Факс: +7 (812) 328 68 69
E-mail: yudin@hq.macro.ru