

## **ОТЗЫВ**

**официального оппонента** на диссертационную работу

**Хакуловой Дианы Мухамедовны** «Разработка композиционных материалов на основе полифениленсульфона для 3D-печати», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.06-  
Высокомолекулярные соединения

**Актуальность темы диссертации.** Одной из основных задач технического перевооружения современных отраслей промышленности является внедрение аддитивных технологий, которые позволяют с высокой точностью проводить разработку и изготовление уникальных изделий из металлов, сплавов, керамики и полимеров, а также композитов на их основе. В тоже время расширение спектра применения 3D-печати требует создания высокоэффективных полимерных композиционных материалов путем направленного регулирования составов композиций, изучения физико-химических процессов их получения и научного обоснования технологических приемов совмещения компонентов. Проведение таких исследований позволит обеспечить создание фундаментальной научной базы для скорейшего внедрения 3D-печати в приоритетные отрасли Российской и мировой промышленности.

В этой связи диссертационная работа Хакуловой Дианы Мухамедовны, посвященная разработке композиционного материала на основе полифениленсульфона для 3D-печати **является весьма актуальной** как с теоретической, так и с практической точки зрения.

Доказательством актуальности проведенных исследований служит и то, что диссертационная работа выполнена в рамках реализации ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», утвержденной постановлением Правительства Российской Федерации от 28 ноября 2013 г. №1096 (соглашение № 14.577.21.0278).

### **Общая характеристика работы.**

Диссертационная работа Хакуловой Д.М. выполнена в ФГБОУ ВО «Кабар-

дино-Балкарский государственный университет им. Х.М.Бербекова» и полностью соответствует паспорту специальности 02.00.06 – Высокомолекулярные соединения.

Диссертация состоит из трех глав, включающих литературный обзор, методический раздел экспериментальной части и обсуждение результатов, а также заключение, список литературы (194 наименования) и приложение. Работа изложена на 121 странице машинописного (компьютерного) текста, содержит 51 рисунок и 20 таблиц.

Представленный в диссертационной работе анализ литературы содержит обзор исследований, посвященных характеристике основных методов аддитивного производства, оценке эффективности применения полимерных материалов и композитов в данных технологиях, а также получению и свойствам ароматических полиэфирсульфонов и композитов на их основе. Завершает анализ литературных данных заключение о необходимости создания отечественных композиционных материалов на основе суперконструкционных полимеров для 3D-печати.

Экспериментальная часть диссертации содержит основные характеристики используемых в создании композитов на основе полифениленсульфона полимерных добавок и наполнителей различной природы, описание методов исследования структуры полимерных материалов таких как ИК-спектроскопия, растровая электронная микроскопия, термо-гравиметрический анализ, дифференциально-сканирующая калориметрия; гостированных методик определения физико-механических свойств полученных материалов, а также методики получения образцов с использованием 3D-печати методом послойного нанесения расплавленной полимерной нити.

Основные результаты экспериментальных исследований включают данные по изучению влияния дисперсно-волокнистых наполнителей на структуру, физико-механические и термические свойства наполненного полифениленсульфона, по оценке эффективности различных модификаторов ударной вязкости в поли-

мер-полимерных композициях, по исследованию структурных особенностей, физико-механических и термических свойств трехкомпонентных систем базовый полимер/ полимер-модификатор/наполнитель, по апробации разработанного композиционного материала для 3D- печати образцов методом послойного нанесения расплавленной полимерной нити.

В работе подробно изучено влияние различных дисперсно-волоконистых наполнителей на свойства полифениленсульфона и установлено, что лучшим комплексом физико- механических характеристик обладают композиционные материалы на основе полимера, наполненного тальком и молотым углеродным волокном. Для данных композитов проведены ИК-спектроскопические исследования и оценка их термических свойств, которая показала, что процесс деструкции наполненного тальком полифениленсульфона идет ступенчато, со смещением в сторону более высоких температур и образованием коксового остатка . Причем, по данным ДСК, проявляется тенденция к снижению температуры стеклования композита на основе полифениленсульфона с увеличением содержания наполнителя от 5 до 15% . Углеродное волокно, как наполнитель, практически не оказывает влияния на термические свойства угленаполненного полимера. Кроме того для исследуемых композитов наблюдается снижение ударопрочности., что поставило перед соискателем задачу повышения их ударной вязкости.

С этой целью в работе проведены исследования по совмещению ударопрочного полистирола, акрилонитрилбутадиенстирола и поликарбоната с термопластичной матрицей полифениленсульфона. При этом показано, что эффективным модификатором ударной вязкости служит поликарбонат, который был выбран соискателем для дальнейшей разработки тройных композитов.

Изучение структуры, физико-механических и термических свойств композитов на основе полифениленсульфона/талька/ поликарбоната в зависимости от их соотношения и способа совмещения показало, что свойства композита определяются не только компонентным составом, но, в значительной мере, способом его получения. Анализ полученных экспериментальных данных позволил

автору обосновать состав композиционного материала и метод совмещения компонентов, позволяющий получить одновременно жесткий и ударопрочный материал для 3D-печати.

Результаты изучения структурных особенностей, физико-механических и термических свойств трехкомпонентных систем с использованием углеродного волокна свидетельствуют о существенных различиях в свойствах по сравнению с композитом, содержащим тальк, т.к. в системе полифениленсульфон/углеродное волокно/поликарбонат происходит разрушение углеродного волокна под действием высоких сдвиговых напряжений при получении композиционного материала.

Логическим продолжением исследований явилось изучение возможности использования композитов на основе полифениленсульфона, наполненного 10% талька, для 3D-печати образцов. Следует отметить, что, несмотря на введение наполнителей, исследуемые композиционные материалы успешно перерабатываются, а напечатанные образцы характеризуются более высоким комплексом физико-механических свойств по сравнению с литьевыми образцами. Кроме того, исследуемые образцы отличаются высокой огнестойкостью и относятся к трудногорючим материалам.

Полученные автором композиционные материалы на основе трехкомпонентной системы ПФСн /тальк /ПК успешно прошли апробацию при получении крупногабаритных сложных изделий, в частности, профилированных тонкостенных воздухопроводов с использованием 3D-печати. Важным достижением работы является то, что разработанные композиты получены на основе полифениленсульфона, синтезированного в Центре прогрессивных материалов и аддитивных технологий КБГУ, и превосходят зарубежный аналог.

Результаты экспериментальных исследований обобщены в заключении как основные выводы диссертационной работы. Полученные результаты полностью соответствуют поставленной цели и задачам исследования.

**Теоретическая и практическая значимость полученных автором результатов.** Значимость результатов диссертационной работы заключается в разработке, теоретическом и экспериментальном обосновании, создании и внедрении в практику новых композиционных материалов на основе полифениленсульфона для 3D-печати. При этом несомненным достоинством работы является тот факт, что разработанные композиционные материалы обладают высокими значениями физико-механических и термических свойств.

**В научном плане** представляют интерес

- установленные в работе особенности фазовой структуры трехкомпонентного композита полифениленсульфон/наполнитель/полимер-модификатор, которая формируется при введении наполнителя в термодинамически несовместимую смесь полимеров полифениленсульфон/поликарбонат и сопровождается его концентрированием в одной из фаз, что зависит от реологических свойств смешиваемых полимеров;

- выявленная взаимосвязь между структурными особенностями и свойствами композита на основе полифениленсульфон/ тальк/поликарбонат при различных способах совмещения компонентов, определяющая последовательность их введения;

- полученные данные о влиянии исследуемых наполнителей (тальк, молотое углеродное волокно) на структуру и свойства наполненной полифениленсульфоновой матрицы, свидетельствующие об их инактивном участии в ее формировании.

**К практически важным** результатам проведенных исследований следует отнести

- разработку превосходящего зарубежный аналог отечественного композитного материала на основе полифениленсульфона для 3D-печати методом послойного нанесения расплавленной полимерной нити, отличающегося высокой стабильностью свойств и необходимыми технологическими характеристиками;

-успешную апробацию разработанного материала в ООО “Русская экструзионная компания” (г.Москва), подтвержденную актом испытаний от 01.06.2018г.;

-наработку опытной партии крупногабаритных тонкостенных воздуховодов для магистрального самолета МС -21, который в настоящее время проходит испытания в ПАО “Корпорация “Иркут””.

Техническая новизна разработок соискателя в данной области подтверждена патентом на изобретение (Патент №2661154 РФ, 2018).

Следует отметить, что полученные в работе композиты обладают значительным потенциалом, что свидетельствует о перспективности продолжения исследований в данном направлении.

**Достоверность результатов исследований** обусловлена достаточно большим экспериментальным материалом, представленным в диссертации, достоверность которого подтверждается грамотным сочетанием современных методов исследования.

Основные результаты диссертационной работы Хакуловой Д.М. обсуждены и представлены 6 научными публикациями, из них 4 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Получен патент на изобретение.

Содержание диссертации достаточно полно отражено в автореферате и в публикациях по теме диссертации.

**Замечания по работе:**

- в разделе Объекты исследования (гл.2), к сожалению, отсутствует характеристика одного из основных объектов – полифениленсульфона, синтезированного в ЦПМиАТ КБГУ;

- при исследовании физико-механических свойств композитов на основе полифениленсульфона и исследуемых наполнителей (гл.3.1.1) изучались композиции с их различным содержанием (табл.8). С чем это связано? Для объективного выбора более эффективного наполнителя используют композиты сопоставимого состава;

- в работе показано, что введение талька в полифениленсульфон меняет характер термической кривой разложения композита (гл.3.1.2, рис.29) с появлением “второго этапа деструкции”(очевидно, здесь имеется в виду, что процесс деструкции композиционного материала протекает ступенчато, в отличие от плавного снижения кривой потери массы ПФСн) и образованием коксового остатка. Какие процессы приводят к его образованию?

- при разработке 3-х компонентных композитов состава ПФСн/тальк/ поликарбонат использовали 3 способа совмещения компонентов (гл.3.3). Полученные результаты свидетельствуют о том, что предварительная экструзия поликарбоната с тальком приводит к потере его модифицирующей способности в исследуемой системе. Чем это обусловлено?

- в работе отсутствует информация по статистической обработке экспериментальных данных и используемому для этих целей программному обеспечению, а также хотя бы предварительная, экономическая оценка разработанного материала;

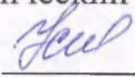
- к сожалению, имеют место неточности по оформлению списка литературы (ссылки, в которых авторов больше 4-х; ссылки 79, 191-194; патенты и Интернет-ссылки), а также опечатки по тексту (ПФСн в названии, с 74; ДСК вместо СЭМ; в подписях к снимкам СЭМ отсутствуют сведения о содержании компонентов, с.75-76 и т.п.).

Однако, в целом, вышеуказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

#### **Заключение**

Диссертационная работа Хакуловой Д.М. характеризуется целостностью и является завершенным научно-квалификационным исследованием, в котором содержится решение важной научно-технической задачи по разработке прогрессивных полимерных композиционных материалов для инновационных технологий, внедрение которых способствует техническому перевооружению различных отраслей отечественной экономики.

Представленная диссертационная работа по актуальности, объему, научному уровню и практической значимости выполненных исследований, соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям п.9 “Положения о порядке присуждения ученых степеней”, утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842, а ее автор, Хакулова Диана Мухамедовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.06 – Высокомолекулярные соединения.

Доктор технических наук, профессор,  
профессор кафедры “Технология и  
оборудование химических, нефтегазовых  
и пищевых производств” ФГБОУ ВО  
“Саратовский государственный технический  
университет имени Гагарина Ю.А.”  Устинова Татьяна Петровна

Контактные данные:

ФГБОУ ВО “СГТУ имени Гагарина Ю.А.”

410054, г.Саратов, ул. Политехническая, 77

Тел. (8452) 99-88-11, 99-88-22

E-mail [xt.techn.sstu@yandex.ru](mailto:xt.techn.sstu@yandex.ru)

Подпись д.т.н., профессора Устиновой Татьяны Петровны заверяю.

Ученый секретарь Ученого совета

ФГБОУ ВО “СГТУ имени Гагарина Ю.А.”



О.А.Салтыкова