

Карavaев Дмитрий Михайлович

**КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ
ТЕРМОРАСШИРЕННОГО ГРАФИТА
ДЛЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ
ДО 500 °С**

05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Пермь - 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ)

Научный руководитель:

Матыгуллина Елена Вячеславовна
доктор технических наук, доцент

Официальные оппоненты:

Бамбуров Виталий Григорьевич
доктор химических наук, профессор,
член-корреспондент РАН,
главный научный сотрудник лаборатории
химии соединений редкоземельных элемен-
тов Института химии твёрдого тела Ураль-
ского отделения Российской академии наук
(ИХТТ УрО РАН)

Щурик Александр Георгиевич

кандидат химических наук, учёный секре-
тарь НТС, главный научный сотрудник отде-
ла №604 ОАО «Уральский научно исследо-
вательский институт композиционных мате-
риалов» (ОАО «УНИИКМ»)

Ведущая организация:

АО «Пермский научно-исследовательский
технологический институт» (АО «ПНИТИ»),
г. Пермь

Защита диссертации состоится «26» декабря 2016 г. в 15:00 на заседании диссертационного совета Д212.188.10 при ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» по адресу: 614990, Пермский край, г. Пермь, Комсомольский проспект, 29, ауд. 423б.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (<http://pstu.ru>).

Автореферат разослан «____» _____ 2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор технических наук, доцент

Е.В. Матыгуллина

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Внедрение новых технологий в химическую, нефтедобывающую, нефтеперерабатывающую, энергетическую и другие отрасли промышленности, связанное с увеличением нагрузок, температур, давлений, скоростей и параметров уплотнительных сред в арматуре, трубопроводах, сосудах, аппаратах, насосах и компрессорах многократно увеличили актуальность создания уплотнительных устройств с повышенными эксплуатационными свойствами. От надежности уплотнительных устройств в значительной степени зависит работоспособность конструкций запорной арматуры и систем в целом, возможность обеспечения требований по безопасности труда и охраны окружающей среды.

В настоящее время для перекрытия рабочей среды при производстве и транспортировке используются задвижки, вентили, краны и другая запорная арматура различных видов и конструктивного исполнения, классифицируемые по различным признакам (конструкция запорного органа, способ перекрытия потока среды, тип уплотнения, способ управления арматурой, способ присоединения к трубопроводу и т.д.).

Шаровые краны успешно конкурируют с другими типами арматуры во многих отраслях промышленности и при различных режимах эксплуатации, но только при температурах до 150-200 °С. Главным фактором, сдерживающим применение шаровых кранов при температурах выше 200 °С, является ограниченность выбора материала уплотнения пары «шар-седло». В этих условиях весьма актуальным является создание нового уплотнительного материала с физико-механическими и триботехническими свойствами, удовлетворяющими потребностям современных производств.

Работа по созданию композиционного материала (КМ) на основе терморасширенного графита (ТРГ), имеющего температурный интервал эксплуатации до 500°С, выполнена в соответствии с основными направлениями научной деятельности кафедры «Материалы, технологии и конструирование машин» ФГБОУ ВО ПНИПУ при выполнении хоздоговорной научно-исследовательской работы совместно с ООО «Силур» (г. Пермь), при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант РФФИ-Урал №11-01-96033), Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере (программа У.М.Н.И.К. – 2011, Проект № 14297), Министерства образования и науки РФ по государственному заданию (проектная часть) № 9.1570.2014/К.

Цель работы – разработка КМ на основе ТРГ и уплотнительных устройств с их использованием с комплексом улучшенных физико-механических и триботехнических свойств для эксплуатации при повышенных температурах.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Исследование структурно-морфологических особенностей ТРГ и их влияния на механизмы упрочнения, упругие, прочностные и триботехнические характеристики разрабатываемых КМ.

2. Экспериментальное определение и теоретическое обоснование степени измельчения исходного ТРГ, используемого для получения композиционных уплотнительных материалов, эксплуатируемых в условиях повышенных температур.

3. Изучение влияния структурных и технологических факторов на свойства КМ (прочность и модуль упругости при температурах до 500°C, коэффициент трения, изнашиваемость), полученных методом прессования.

4. Разработка технологической схемы и оснастки для получения КМ на основе ТРГ с комплексом физико-механических и триботехнических характеристик, позволяющим использовать их для изготовления седловых уплотнений шаровых кранов, эксплуатируемых при температурах до 500 °С.

5. Теоретическое и экспериментальное исследование физико-механических и триботехнических свойств КМ на основе ТРГ, получение аналитических зависимостей для прогнозирования влияния структурно-технологических параметров на свойства КМ.

Научная новизна:

Впервые выявлено наличие в частицах ТРГ армирующего разветвленного каркаса с микросферолитами ламеллярного типа, объемная доля которого составляет не более 10%, при этом стержневые элементы каркаса выполняют роль упрочняющих волокон.

Проведена оценка влияния структурно-технологических параметров на физико-механические и триботехнические свойства КМ с кремнийорганическим связующим при температурах до 500 °С в интервале изменений насыпной плотности ТРГ 4-200 кг/м³. Установлено, что КМ на основе ТРГ имеют наибольшие физико-механические и триботехнические свойства в интервале температур 20-500°C при насыпной плотности порошка ТРГ, не превышающей $\rho_n = 14 \pm 1$ кг/м³, при которой распределение размеров частиц ТРГ и упрочняющих стержневых элементов их структуры определяется интервалом 0,1-3 мм.

Для определения коэффициента трения КМ установлена линейная зависимость между мультифрактальными параметрами микроструктуры КМ на основе ТРГ и их триботехническими свойствами.

Практическая ценность работы:

Получены КМ на основе ТРГ и модифицированного кремнийорганического связующего (МКОС) для уплотнительных устройств, предназначенных для эксплуатации при давлении до 25 МПа и температуре до 500 °С.

Разработано устройство и методика определения насыпной плотности ТРГ (патент № 2544282).

Разработан способ исследования микроструктуры КМ на основе ТРГ (патент № 2471166).

Сконструировано устройство для прессования сальниковых колец и седел шаровых кранов из КМ ТРГ/МКОС (патенты №2460642, № 2469859).

Определены условия неразрушающего контроля уплотнений из композиционных материалов на основе ТРГ методом склерометрии.

Разработана технологическая схема и установлены параметры процесса холодного одностороннего прессования при получении изделий из КМ ТРГ/ МКОС.

На основании результатов промышленных испытаний шаровых кранов с седловыми уплотнениями из КМ ТРГ/МКОС показана герметичность уплотнительных устройств при открытии-закрытии на протяжении 10 000 циклов.

Достоверность результатов

Достоверность результатов обеспечена использованием поверенных средств измерения высокого класса точности. Эксперименты проведены в единых условиях с применением статистической обработки экспериментальных данных. Для исследований использовали современные методы изучения морфологии поверхности, структуры и свойств, а также специальные методы лабораторного контроля физико-механических и триботехнических свойств КМ на основе ТРГ.

Личный вклад автора

Представленные в работе результаты, основные технические решения получены лично автором или при его непосредственном участии. Автор участвовал в постановке задач исследований, организации и проведении экспериментальных и исследовательских работ, интерпретации и обобщении полученных результатов.

Положения, выносимые на защиту:

Частицы ТРГ имеют армирующий разветвленный каркас с микросферолитами ламеллярного типа, при этом стержневые элементы каркаса выполняют роль упрочняющих волокон.

Механические свойства КМ на основе ТРГ зависят от структурного состояния частиц графита, при этом увеличение размеров стержней и частиц ТРГ («червячков») обеспечивает повышение их несущей способности и более эффективное использование их прочностных свойств в процессе нагружения. Наибольшие физико-механические и триботехнические свойства КМ ТРГ/МКОС имеет при содержании ТРГ 60-80%, что обеспечивается упрочняющим влиянием стержневых элементов частиц ТРГ размером 0,1-3 мм.

Аналитические зависимости между коэффициентами трения КМ и мультифрактальными параметрами их микроструктуры носят линейный характер и позволяют производить оценку триботехнических параметров на основе программного анализа изображений микроструктуры.

Разработанная технологическая схема и установление параметров процесса холодного одностороннего прессования при получении изделий из КМ ТРГ/МКОС позволяют получать материалы для уплотнительных устройств, предназначенных для эксплуатации при давлении до 25 МПа и температуре до 500 °С.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы докладывались на следующих конференциях: 10-я Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии», г. Москва, г. Троицк 06.06.2016; Всероссийская научно-практическая конференция аспирантов и студентов "Фундаментальные и прикладные исследования в области материаловедения и машиностроения", Пермь, 2016, 2015; Всероссийская научно-практическая конференция аспирантов и студентов «Инновационные технологии в машиностроении», Пермь, 2015; Всероссийская (с международным участием) научно-практическая конференция аспирантов и студентов «Актуальные проблемы современной науки и техники», Пермь, 2015; 2-я Международная научно-практическая конференция «Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении – ИТММ-2014», Пермь, 2014; 14th International Multidisciplinary Scientific GeoConferences SGEM 2014, Albena, Bulgaria, 2014; Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-

2014», Москва, 2014; V Всероссийская научно-практическая конференция «Современные наукоемкие инновационные технологии», Самара, 2013; «XVIII Зимняя школа по механике сплошных сред», Пермь, 2013; Международная научно-практическая конференция «Инновационные технологии в машиностроении», Пермь, 2012; Международная научно-практическая конференции «Молодые ученые Прикамья – 2011», Пермь, 2011; Всероссийская молодежная научная конференция «Химия и технология новых веществ и материалов», Сыктывкар, 2011; XXXI всероссийская конференция «Наука и технологии», г. Миасс, 2011; Научно-практическая конференция «Молодежная наука Прикамья – 2010», Пермь, 2010; Международная научно-техническая конференция «Перспективные технологии и материалы», Пермь, 2008.

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 56 работ, в том числе 13 статей в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, рекомендуемых ВАК; 26 статей и тезисов докладов на всероссийских и международных конференциях; 7 патентов на изобретение.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, основных выводов, списка использованной литературы. Диссертация содержит 151 страницу текста, 74 рисунка, 32 таблицы и библиографический список, включающий 102 наименования.

Основное содержание работы

Во введении диссертации обоснована актуальность и практическая значимость решаемых в диссертационной работе проблем.

В первой главе проведен обзор и анализ литературных источников по исследованиям структуры и свойств ТРГ. Рассмотрены методы получения композиционных материалов на основе ТРГ и их свойства. Проведенный анализ свойств КМ на основе ТРГ, получаемых по различным технологиям, показывает, что для КМ, предназначенных для изготовления уплотнителей, работающих при температурах до 500°С, целесообразно использовать кремнийорганические и фосфатные связующие.

На основе анализа проблем, обсуждаемых в литературном обзоре, сформулирована цель исследования и приведена постановка задач данного исследования.

Во второй главе приведены исходные материалы, методики экспериментальной работы и использованные методы исследований. В качестве основных компонентов КМ использовались порошки марки ТРГ-М, получаемые размолом отходов производства уплотнений, и «червеобразный» ТРГ после одно- и двухстадийного измельчения.

Измельчение ТРГ и определение его насыпной плотности осуществляли на сконструированных устройствах с использованием разработанных методик. Морфологию частиц порошков и структуры образцов КМ исследовали на оптическом микроскопе «Альтами МЕТ-5». Размеры частиц порошков определяли по ГОСТ 23402-78. Структуру КМ на основе ТРГ с МКОС выявляли в соответствии с разработанной методикой (патент на изобретение №2471166).

Прочностные и деформационные характеристики КМ при сжатии при нормальных и повышенных температурах (500°C) определяли на разрывной испытательной машине Р-05 с реверсором (патент на изобретение №2521727). Механические испытания на одноосное растяжение проводили по ГОСТ 11262-80 на машине испытательной МИ-40КУ. Твердость КМ определяли методом вдавливания шарика в соответствии со стандартами (ГОСТ 4670–91 и ISO 2039-1:2001).

Коэффициент трения и износостойкость КМ в различных средах определяли на машине трения по схеме «палец-диск» и на МИ-40КУ с использованием специально разработанного приспособления по схеме «кольцо-диск».

Неразрушающий контроль изделий из КМ на основе ТРГ осуществляли методом склерометрии. Сконструировано устройство для нанесения царапин, позволяющее проводить исследования на образцах со скоростью перемещения индентора 4мм/мин и нагрузкой $1\div 5\text{Н}$.

Третья глава посвящена исследованию структуры и морфологии порошков ТРГ с различной степенью измельчения и порошка молотого графита марки ТРГ-М, полученного из отходов производства ООО «Силур» (г. Пермь).

Исследование структуры частиц измельченного ТРГ показало, что они имеют разветвленную сеть армирующих стержней (рисунок 1). Пластинки графита в чешуйках образуют микросферолиты ламеллярного типа, сама чешуйка графита имеет композиционное строение и состоит из «слоев», имеющих форму микросферолитов, при этом микросферолиты в виде бисера нанизаны на каркасную сеть стержней «червеобразного» графита.

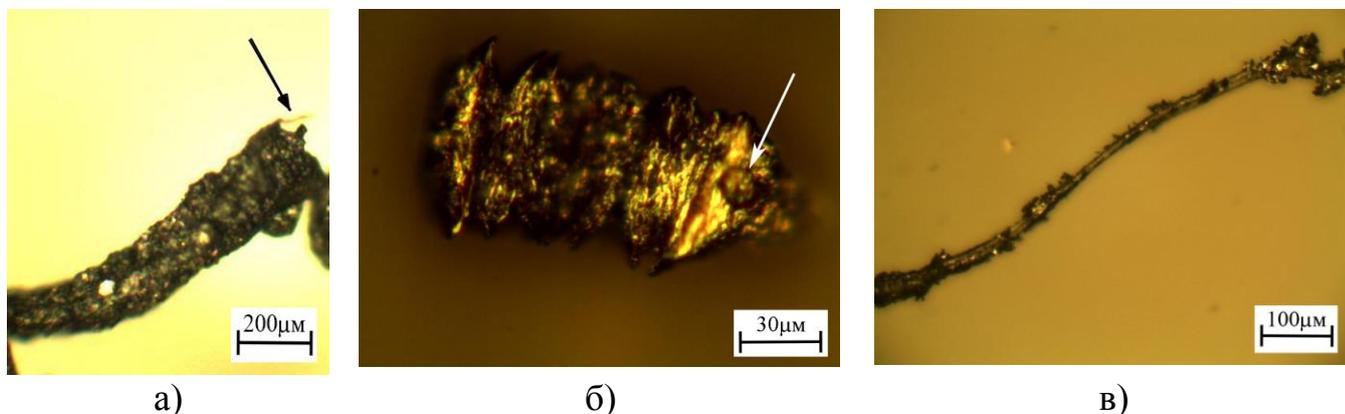


Рисунок 1 – «Червеобразный» ТРГ с армирующими стержнями (показаны стрелкой): а, б – светлое поле, в – армирующий стержень «червячка»

Установлено, что извилистая форма, значительная длина частиц червеобразного ТРГ (рисунок 2) и его малая насыпная плотность затрудняют прессование КМ на его основе. Экспериментально подтверждено, что основными факторами, определяющими возможность получения КМ из порошка ТРГ методом прессования, являются способ и степень его измельчения. При этом исследования показали, что достижение максимального измельчения исходного ТРГ приводит к ухудшению механических и триботехнических свойств КМ на основе ТРГ. В результате исследования влияния скорости вращения измельчителей и продолжительности измельчения на первой и второй стадии на структурное состояние, дисперсность и насыпную плотность порошков ТРГ-пуха («червячков») получены следующие результаты. Установлено время I стадии измельчения (гладкими спиралеобразными

измельчителями), при котором прекращается деление червеобразных частиц ТРГ на части, и, как следствие, происходит прекращение интенсивного увеличения насыпной плотности. Дальнейшее измельчение приводит к постепенному окатыванию частиц, сопровождающемуся появлением блеска на их поверхности. После измельчения на I стадии червячки разделяются на фрагменты длиной $0.1 \div 3$ мм (рисунок 3 а, в). На рисунке 3, б показана зависимость изменения насыпной плотности ТРГ от времени измельчения при различных скоростях вращения измельчителей и продолжительности циклов измельчения.

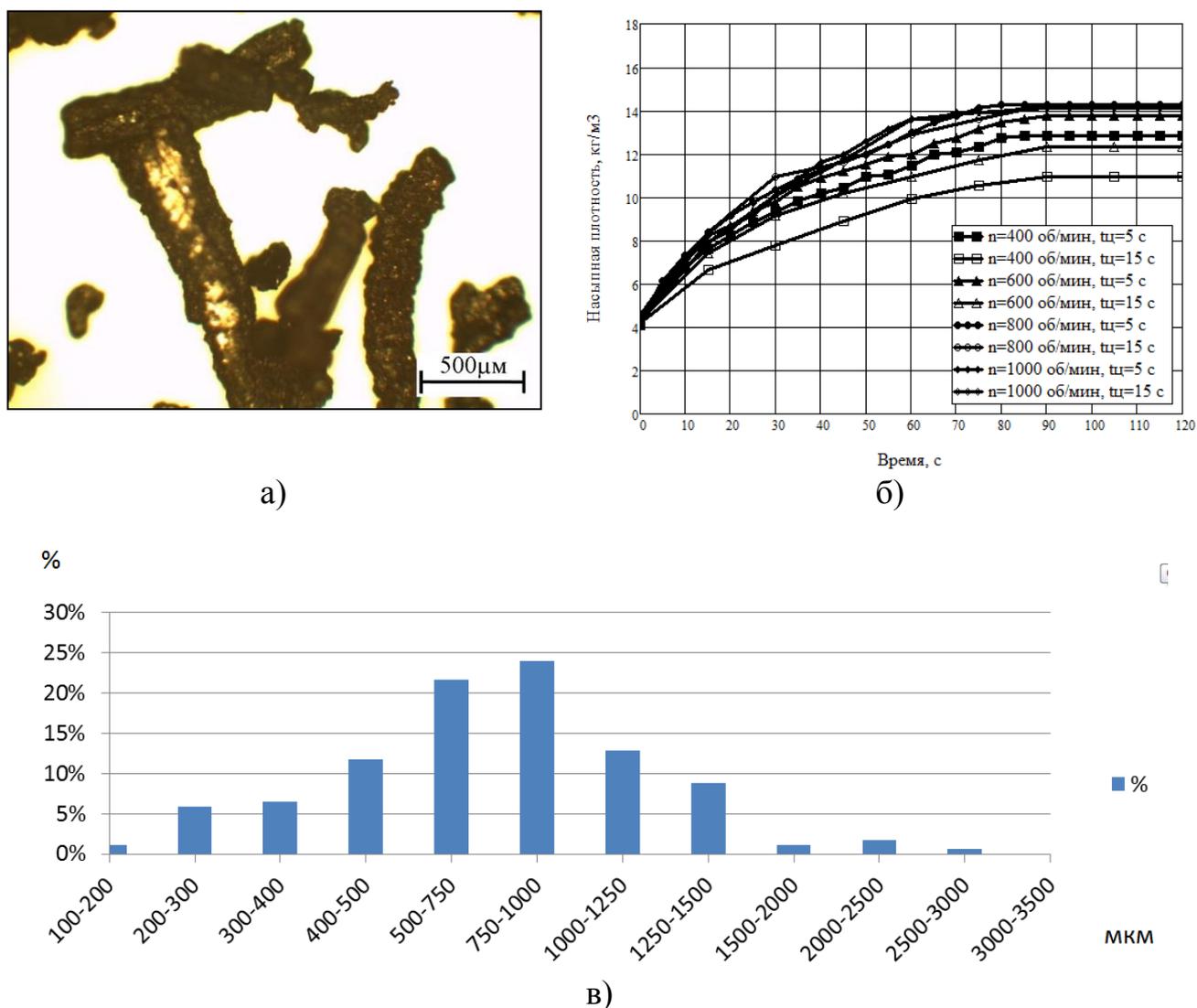
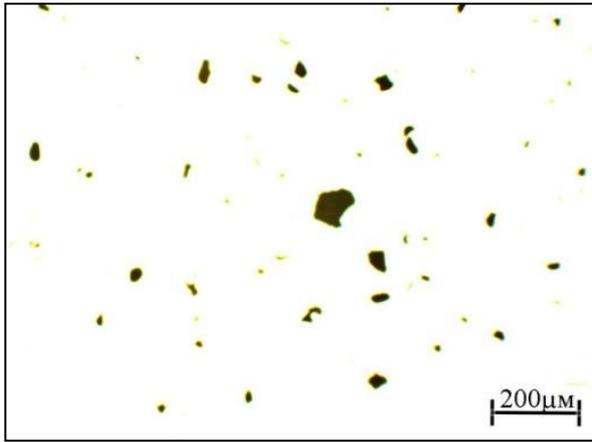
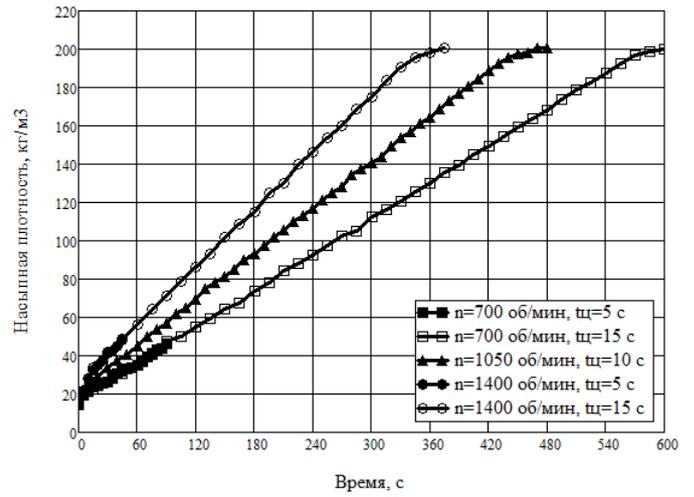


Рисунок 2 – Влияние режимов измельчения червеобразного ТРГ гладкими элементами измельчителя (I стадия) на характеристики частиц: а) форма частиц; б) зависимость насыпной плотности порошка от времени измельчения ($t_{ц}$ – время цикла измельчения); в) диаграмма распределения размеров частиц

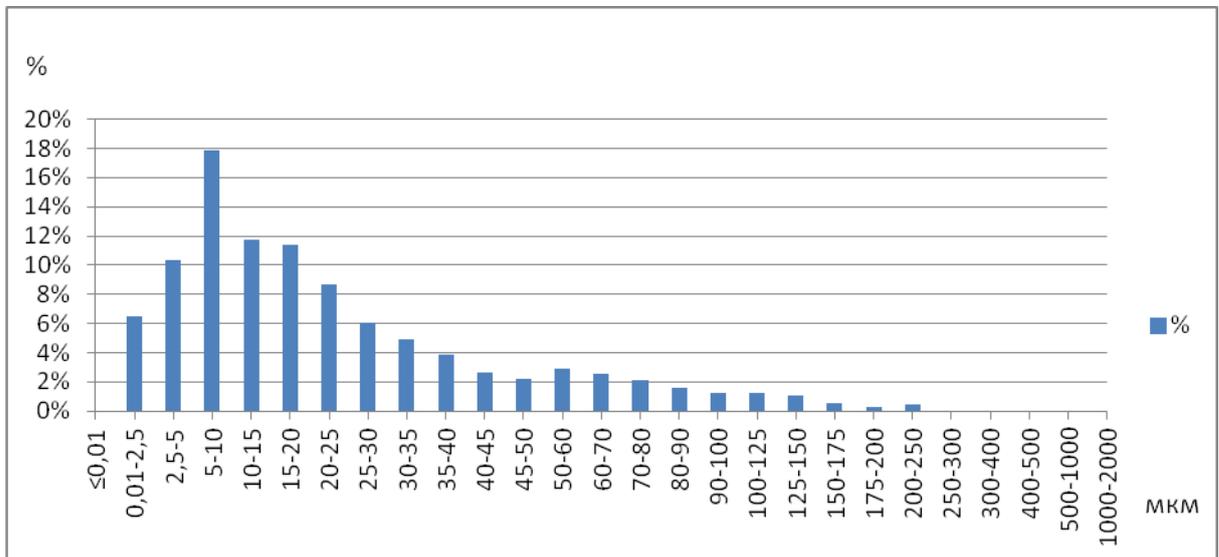
На рисунках 4, а, в показаны частицы ТРГ после II-й стадии измельчения и их распределение по размерам. На рисунке 4, б приведена зависимость насыпной плотности порошка от времени измельчения при различных скоростях вращения ножей и продолжительности циклов измельчения. Установлена скорость вращения ножей для получения порошка с насыпной плотностью $200 \pm 10 \text{ кг/м}^3$ в течение минимального времени, составляющая 1400 об/мин.



а)



б)



в)

Рисунок 3 – Влияние режимов измельчения червеобразного ТРГ лезвиями с острыми режущими кромками (II стадия) на характеристики частиц: а) форма частиц; б) зависимость насыпной плотности порошка от времени измельчения ($t_{ц}$ – время цикла измельчения); в) диаграмма распределения размеров частиц

На рисунке 5 а, б показаны форма и морфология частиц порошка марки ТРГ-М, полученного размолотом отходов производства уплотнений (прокатанного ТРГ). Установлена зависимость насыпной плотности от размера частиц порошка марки ТРГ-М (рисунок 5 в), разделенного методом ситового анализа по фракциям (рисунок 5 г).

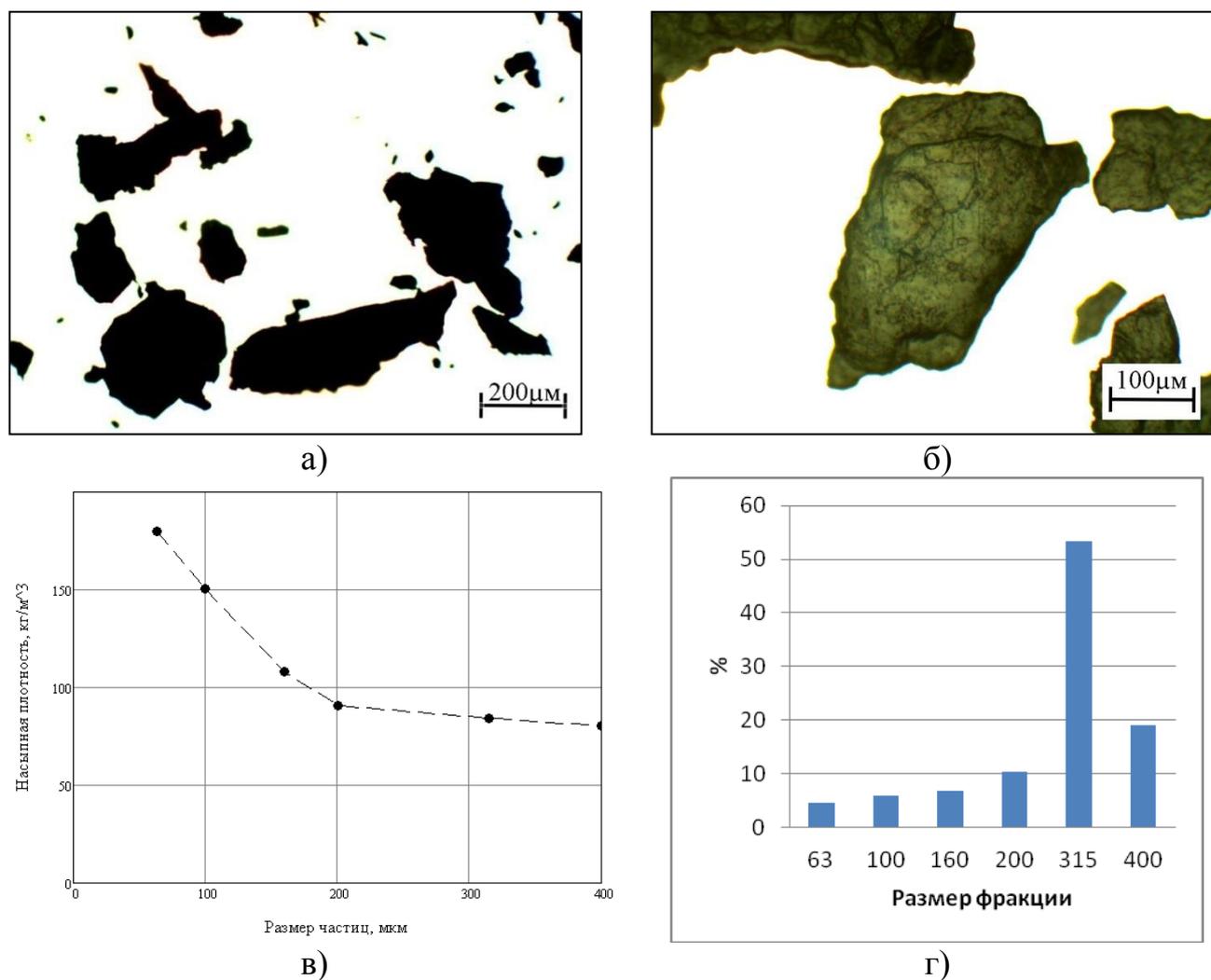


Рисунок 4 – Характеристики порошка марки ТРГ-М, полученного размолотом отходов производства уплотнений из ТРГ: а) форма частиц; б) морфология поверхности частиц; в) зависимость насыпной плотности порошка от размера частиц; г) распределение частиц порошка по размерам.

Четвертая глава посвящена определению физико-механических и трибо-технических свойств КМ ТРГ/МКОС с содержанием ТРГ 50-90 масс. %.

В результате испытаний на машине трения по схеме «палец-диск» установлено, что состав КМ 80 масс.% ТРГ / 20 масс.% МКОС является оптимальным по коэффициенту трения и параметрам износа для всех порошков ТРГ, характеристики которых представлены на рисунках 3-5.

После предварительного определения коэффициентов трения и исследования износа тестовых образцов в различных средах на машине трения по схеме «палец-диск» на предприятии ООО «Силур» были изготовлены образцы с выбранными соотношениями ТРГ и связующего для испытания по схеме «кольцо-диск».

Результаты экспериментальных исследований данных образцов представлены в таблице, где:

КМ-1 – ТРГ-М / МКОС;

КМ-2 – ТРГ ($\rho_n=14\pm 1$ кг/м³) / МКОС;

КМ-3 – ТРГ ($\rho_n=200\pm 10$ кг/м³) / МКОС.

Таблица – Физико-механические и триботехнические свойства КМ на основе ТРГ

№ п/п	Наименование характеристик при различных направлениях приложения силы по отношению к ориентированным слоям графита	Материал		
		КМ-1	КМ-2	КМ-3
1	2	3	4	5
1	Плотность, г/см ³	1.67	1.65	1.6
2	Предел прочности при сжатии*, МПа: перпендикулярно параллельно	16.3 12.3	40.5 20.1	21.9 17.5
3	Модуль упругости при сжатии*, МПа: перпендикулярно параллельно	394.3 800.6	228.5 405.4	169.2 355.6
4	Предел прочности при сжатии, МПа, 500 °С: перпендикулярно параллельно	17.7 14.5	28.4 18.2	9.9 8.3
5	Предел прочности при растяжении*, МПа: параллельно	6.9	11.9	9.6
6	Твердость по ГОСТ 4670–91*, МПа: перпендикулярно параллельно	36.3 35.9	70.4 68.6	50.8 49.2
7	Твердость по методу царапания *, МПа: перпендикулярно параллельно	28.2 23.7	70.4 56.6	44.2 34.3
8	Коэффициенты трения на воздухе*: перпендикулярно параллельно	0.203 0.327	0.179 0.305	0.188 0.314
9	Средняя скорость изнашивания*, м/ч	9.7x10 ⁻⁶	1.7x10 ⁻⁶	1.5x10 ⁻⁵

* - при температуре 20°С

Теоретическая оценка предела прочности σ_{bc}^c и модуля упругости E_c^c при сжатии КМ с объемным содержанием ТРГ в интервале 60-80% осуществлялась на основе выражений (1), (2):

$$\sigma_{bc}^c = \sigma_{bs}^c V_s + \sigma_{bg}^c V_g \quad (1) \quad E_c^c = E_g^c E_s^c / [(1 - V_s) E_s^c + V_s E_g^c], \quad (2)$$

где σ_{bc}^c , σ_{bs}^c , σ_{bg}^c и E_c^c , E_s^c , E_g^c – пределы прочности и модули упругости при сжатии композиционного материала, отвержденной смолы и спрессованного ТРГ без связующего соответственно, V_s и V_g - объемное содержание компонентов.

При объемном содержании ТРГ за пределами интервала 60-80% экспериментальные значения прочности КМ ниже значений, рассчитанных по формуле (1), поскольку при объемном содержании частиц ТРГ менее 60% снижается их блокирующая роль в процессе трещинообразования в хрупкой матрице, а при объемном содержании ТРГ более 80% не обеспечивается в полной мере процесс взаимодействия частиц ТРГ со связующим.

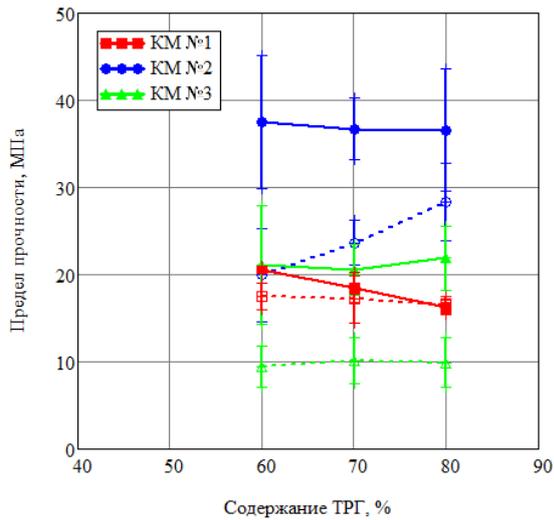
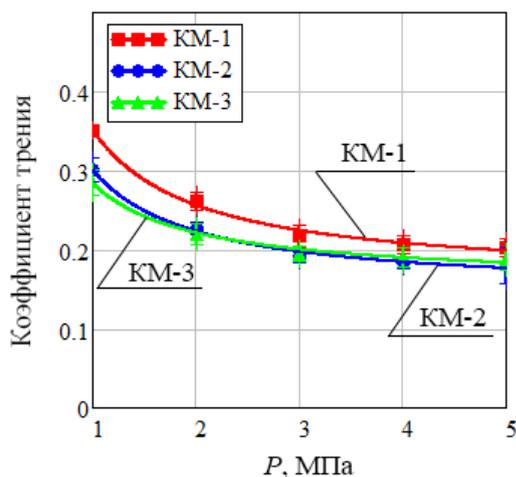


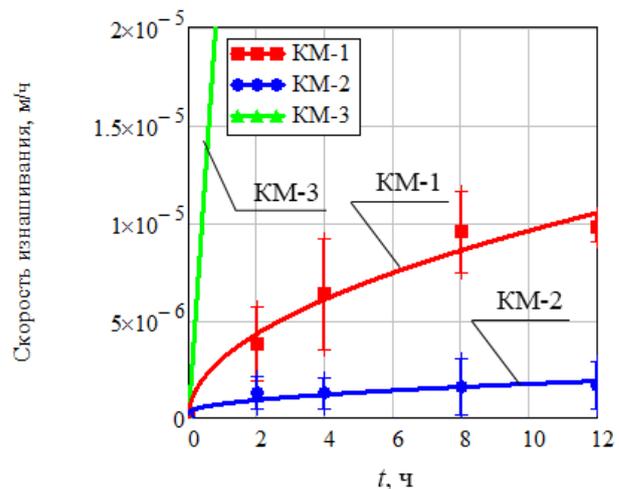
Рисунок 5 – Зависимость прочности КМ при сжатии от содержания в нем ТРГ (сплошная – $t=20^{\circ}\text{C}$, пунктир – $t=500^{\circ}\text{C}$)

онного материала КМ-2 при 500°C , который при увеличении V_g от 0,6 до 0,8 возрастает на 40,0%, что, по-видимому, связано с относительным возрастанием упрочняющей роли стержневых элементов в структуре прессуемых частиц ТРГ в композиционных материалах КМ-2 при повышении температуры.

В результате испытаний на испытательной машине МИ-40КУ по схеме «кольцо-диск» установлено, что с увеличением удельного давления на образцы в интервале $1\div 5\text{МПа}$ коэффициенты трения уменьшаются, а износ растет с увеличением времени испытания (рисунок 7 а, б). При этом коэффициент трения и износ при удельном давлении 5МПа у КМ-2 значительно меньше, чем у КМ-1 и КМ-3 (рисунок 7 б).



а)



б)

Рисунок 6 – Зависимость коэффициента трения от удельного давления (а) и скорости изнашивания от времени (б) КМ при трении по стали 20X13

Количественное описание морфологии поверхности КМ на основе ТРГ (рисунок 8) и прогнозирование значений их коэффициентов трения осуществлялись на основе методов мультифрактального анализа.

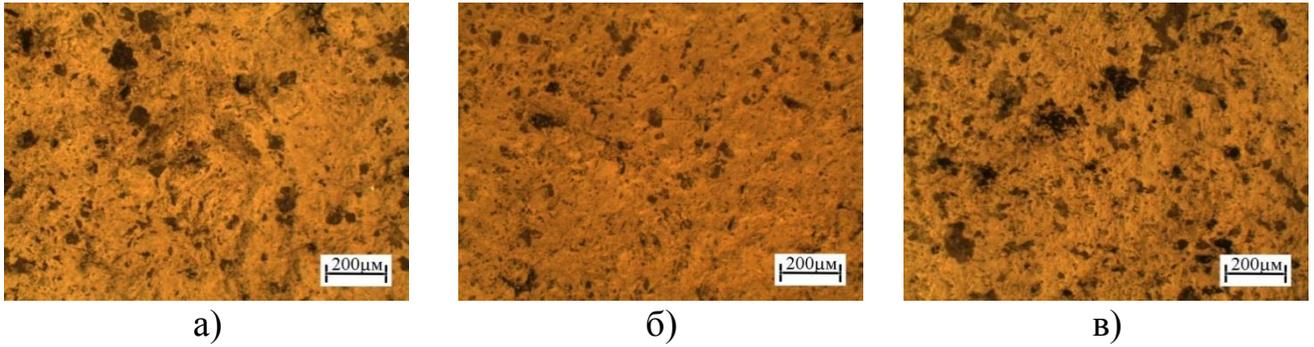


Рисунок 7 – Морфология поверхности КМ (ТРГ 80 масс.%): а – КМ-1; б – КМ-2; в – КМ-3 (светлое поле – ТРГ, темное поле – МКОС)

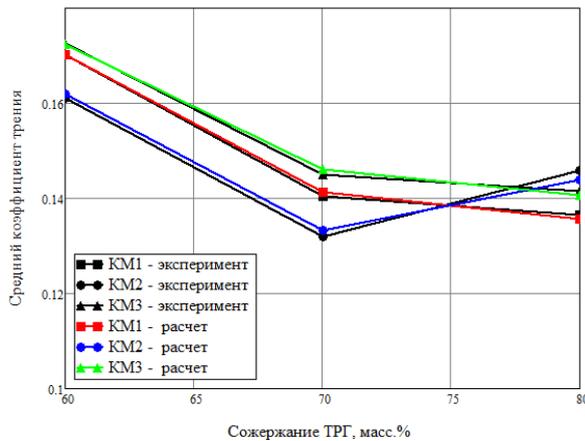


Рисунок 9 – Экспериментальные и расчетные зависимости коэффициентов трения КМ от содержания ТРГ ($P=1$ МПа, $V=5$ м/с)

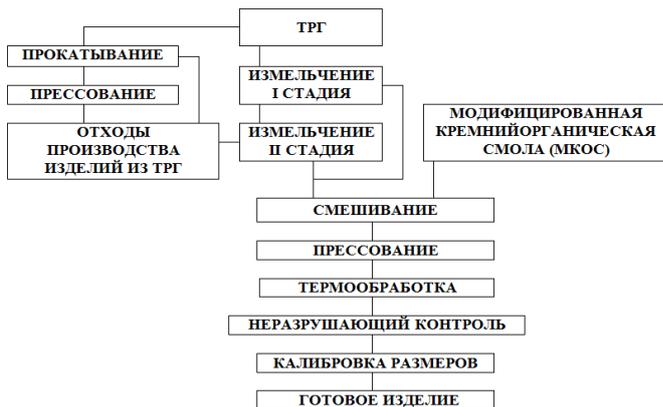


Рисунок 10 – Технологическая схема производства изделий из КМ ТРГ/МКОС методом холодного одностороннего прессования

Для прессования сальниковых колец и седел шаровых кранов из КМ ТРГ/ МКОС сконструировано устройство (патенты №2460642, №2469859), позволяющее изготавливать прессованные изделия различной формы. Совместно с ООО «Силур» проведены стендовые испытания на отказ седловых уплотнений с криволинейной поверхностью из КМ состава ТРГ–80%, кремнийорганическая смола – 20%, предназначенных для шаровых кранов DN 50, при этом кран обеспечивал герметичность на протяжении 10 000 циклов «открытие»-«заккрытие».

На рисунке 9 приведены зависимости коэффициента трения КМ от содержания ТРГ, при этом расчетные данные получены в результате установления взаимосвязи между коэффициентами трения исследуемых КМ и функциями мультифрактального спектра их микроструктуры, подтвержденной значением коэффициента корреляции Пирсона равной 0.99. Аналитические зависимости позволяют производить оценку триботехнических параметров КМ на основе программного анализа изображений микроструктуры.

Пятая глава посвящена разработке оснастки, технологии получения и метода неразрушающего контроля изделий из КМ.

Технологическая схема производства изделий из КМ ТРГ/МКОС методом холодного одностороннего прессования представлена на рисунке 10.

Для прессования сальниковых колец и седел шаровых кранов из КМ ТРГ/ МКОС сконструировано устройство (патенты №2460642, №2469859), позволяющее изготов-

Основные выводы

1. Впервые выявлено наличие в структуре червеобразного ТРГ армирующего разветвленного каркаса и микросферолитов ламеллярного типа после его измельчения.

2. Установлены оптимальные режимы измельчения червеобразного ТРГ: скорость вращения для гладких элементов измельчителя $n=800$ об/мин, время измельчения $t=90$ с, для элементов измельчителя с режущими кромками – $n=1400$ об/мин, $t=360$ с.

3. Установлено, что наибольшей прочностью обладает КМ ТРГ/МКОС на основе ТРГ с насыпной плотностью до 14 ± 1 кг/м³.

4. Установлена взаимосвязь между триботехническими свойствами КМ на основе ТРГ и мультифрактальными параметрами их микроструктуры, позволяющая использовать микроструктурные исследования КМ для прогнозирования их коэффициента трения и износа.

5. Получены КМ ТРГ/МКОС с прочностью при сжатии 40.5 МПа, выдерживающие эксплуатационные температуры до 500 °С.

6. Проведено комплексное исследование физико-механических и триботехнических свойств серии лабораторных и промышленных образцов уплотнительных материалов на основе ТРГ. Установлены основные закономерности изменения прочности, модуля упругости, коэффициента трения и износа в зависимости от содержания ТРГ и кремнийорганического связующего, размеров, структуры и морфологии частиц ТРГ.

7. На основе регрессионного анализа получены зависимости, позволяющие прогнозировать составы КМ на основе ТРГ с заданными физико-механическими свойствами.

8. Установлено, что КМ на основе ТРГ с насыпной плотностью до $\rho_n=14\pm 1$ кг/м³ и содержанием ТРГ 60-80% обладают наименьшими коэффициентом трения и износом.

9. Разработана технологическая схема и определены параметры процесса холодного одностороннего прессования для получения КМ на основе ТРГ с модифицированной кремнийорганической смолой.

10. По результатам промышленных испытаний в ООО «Силур» разработанные материалы рекомендованы в качестве седловых уплотнений шаровых кранов, работающих при температурах до 500 °С.

Основные положения диссертации опубликованы в следующих работах:

Издания, рекомендованные ВАК РФ:

1. Ханов, А.М. Особенности строения терморасширенного графита / А.М. Ханов, Л.Е. Макарова, А.И. Дегтярев, Д.М. Караваев, Д.В. Смирнов, О.Ю. Исаев // Известия Самарского научного центра РАН. – 2011. – Т. 13, № 4(4). – С. 1119-1122.

2. Караваев, Д.М. Механические свойства композиционного материала на основе терморасширенного графита / Д.М. Караваев, А.М. Ханов, А.И. Дегтярев, Л.Е. Макарова, Д.В. Смирнов, О.Ю. Исаев // Известия Самарского научного центра РАН. – 2012. – Т. 14, № 1(2). – С. 562-564.

3. Караваев, Д.М. Анизотропия механических свойств композиционного материала на основе терморасширенного графита / Д.М. Караваев, А.М. Ханов,

А.И. Дегтярев, Л.Е. Макарова, Д.В. Смирнов, О.Ю. Исаев // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2012. – Т. 14, № 4(5). – С. 1243–1245.

4. Ханов, А.М. Способ определения анизотропии композиций на основе терморасширенного графита / А.М. Ханов, Л.Е. Макарова, Д.М. Караваев, А.И. Дегтярев, А.В. Москалев, А.А. Нестеров // Вестник Казанского государственного технического университета им. А. Н. Туполева. – 2012. – №4, вып. 1(68). – С. 95-99.

5. Караваев, Д.М. Определение насыпной плотности терморасширенного графита / Д.М. Караваев, Л.Е. Макарова, А.И. Дегтярев, К.В. Трошков // Известия Самарского научного Центра РАН. – 2013. – Т. 15, № 4(2). – С. 360-362.

6. Караваев, Д.М. Влияние структурно-морфологических особенностей терморасширенного графита на износостойкость композиционного материала с кремнийорганическим связующим / Д.М. Караваев, А.М. Ханов, Е.В. Матыгуллина, Л.Д. Сиротенко // Известия Самарского научного Центра РАН. – 2013. – Т. 15, № 4(6). – С. 378-381.

7. Стряпунина, К.А. Мультифрактальный анализ композиционного материала на основе терморасширенного графита / К.А. Стряпунина, Л.Е. Макарова, А.И. Дегтярев, Д.М. Караваев, Е.В. Матыгуллина, Л.Д. Сиротенко // Известия Самарского научного РАН. – 2014. – Т. 16, № 1(2). – С. 552-556.

8. Караваев, Д.М. Зависимость насыпной плотности порошка терморасширенного графита от скорости вращения гладких элементов измельчителя и продолжительности цикла измельчения / Д.М. Караваев, Е.В. Матыгуллина, Л.Е. Макарова, Я.А. Нефедов, А.А. Черных // Современные проблемы науки и образования, 2014, № 6. – URL: <http://www.science-education.ru/120-16031>

9. Черных, А.А. Исследование влияния давления и содержания модифицированной силиконовой смолы на триботехнические характеристики композиционного материала на основе терморасширенного графита / А.А. Черных, Я.А. Нефедов, Д.М. Караваев // Современные проблемы науки и образования, 2014, №6. - URL: <http://www.science-education.ru/120-16098>

10. Караваев, Д.М. Определение коэффициента трения композиционного материала на основе терморасширенного графита с кремнийорганическим связующим / Д.М. Караваев, Е.В. Матыгуллина, Л.Д. Сиротенко, А.И. Дегтярев / Известия Самарского научного Центра РАН. – 2015. – Т. 17, № 2(4). – С. 775-778.

11. Караваев, Д.М. Перспективы снижения затрат на металлообработку шаровых кранов, работающих при температурах выше 200°C / Д.М. Караваев, А.А. Нестеров, Е.В. Матыгуллина, Д.В. Смирнов, О.Ю. Исаев // Металлообработка. – 2015. – № 3(87). – С. 49-53.

12. Нефедов, Я.А. Зависимость насыпной плотности порошка терморасширенного графита от скорости вращения элементов измельчителя с режущими кромками и продолжительности цикла измельчения / Я.А. Нефедов, А.А. Черных, Д.М. Караваев, Е.В. Матыгуллина, Л.Е. Макарова // Современные проблемы науки и образования, – 2015, – № 2(58), ч.2. – URL: <http://www.science-education.ru/129-22882>

13. Караваев Д.М. Коэффициенты трения композиционных материалов на основе терморасширенного графита по стали 08X18H10T / Д.М. Караваев // Со-

временные проблемы науки и образования. – 2015, – № 2(58), ч.2. – URL: <http://www.science-education.ru/129-22869>

Патенты

14. Пат. 2460642 Российская Федерация, МПК В29С43/02 (2006.01). Устройство для прессования порошков / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, А. А. Нестеров, Л. Е. Макарова, Д. В. Смирнов, О. Ю. Исаев, В. А. Москалев, А. И. Дегтярев, Д. А. Петров; патентообладатель Гос. образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. гос. техн. ун-т». № 2011125289/05; заявл. 17.06.2011; опубл. 10.09.2012, Бюл. № 25. – 9 с.

15. Пат. 2469859 Российская Федерация, МПК В30В 15/02 (2006.01), В22F 3/03 (2006.01), В29С 43/02 (2006.01). Устройство для прессования полых изделий / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, А. А. Нестеров, Л. Е. Макарова, Д. В. Смирнов, О. Ю. Исаев, В. А. Москалев, А. И. Дегтярев, Д. А. Петров; патентообладатель Гос. образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. гос. техн. ун-т» № 2011125358/02; заявл. 20.06.11; опубл. 20.12.12, Бюл. № 35. – 11 с.

16. Пат. 2471166 Российская Федерация, МПК G01N 1/28 (2006.01). Способ выявления структуры графита / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, А. А. Нестеров, Л. Е. Макарова, Д. В. Смирнов, О. Ю. Исаев, В. А. Москалев, А. И. Дегтярев, Д. А. Петров; патентообладатель Гос. образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. гос. техн. ун-т». № 2011127299/05; заявл. 01.07.11; опубл. 27.12.12, Бюл. № 36. – 7 с.

17. Пат. 2521727 Российская Федерация, МПК G01N 3/08 (2006.01). Реверсор для исследования физико-механических свойств образцов / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, Л. Е. Макарова, А. И. Дегтярев, В. А. Москалев; патентообладатель Федер. гос. бюджет, образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. нац. исслед. политехн. ун-т». № 2012152216/28; заявл. 04.12.12; опубл. 10.07.14, Бюл. № 19. – 12 с.

18. Пат. 2535952 Российская Федерация, G01N1/28 (2006.01). Способ исследования поверхности образца графитсодержащих композитов / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, Л. Е. Макарова, А. И. Дегтярев, В. А. Москалев, О. Ю. Исаев, Д. В. Смирнов; патентообладатель Федер. гос. бюджет, образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. нац. исслед. политехн. ун-т» № 2013142534/05; заявл. 17.09.13; опубл. 20.12.14, Бюл. № 35. – 9 с.

19. Пат. 2531608 Российская Федерация, МПК В02С13/00 (2006.01). Измельчитель / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, Л. Е. Макарова, А. И. Дегтярев, В. А. Москалев, К. В. Трошков; патентообладатель Федер. гос. бюджет, образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. нац. исслед. политехн. ун-т». № 2013121529/28; заявл. 07.05.2013; опубл. 27.10.14, Бюл. № 30. – 12 с.

20. Пат. 2544282 Российская Федерация, МПК G01N9/02 (2006.01). Устройство для определения насыпной плотности пористых материалов / А. М. Ханов, Д. М. Караваев, Л. Е. Макарова, А. И. Дегтярев, В. А. Москалев, О. Ю. Исаев, Д. В. Смирнов; патентообладатель Федер. гос. бюджет, образоват. учр. высш. проф. образования «Перм. нац. исслед. политехн. ун-т». № 2013143587/28; заявл. 26.09.13; опубл. 20.03.15, Бюл. № 8. – 9 с.