

**Результаты выполнения ПНИ
по субсидии № 14.577.21.0089 от 22 июля 2014 г.**

«Разработка технологии получения беспористых нанокompозитных керамических материалов с повышенными эксплуатационными свойствами, модифицированных углеродными нановолокнами и графеном»

1 Этап

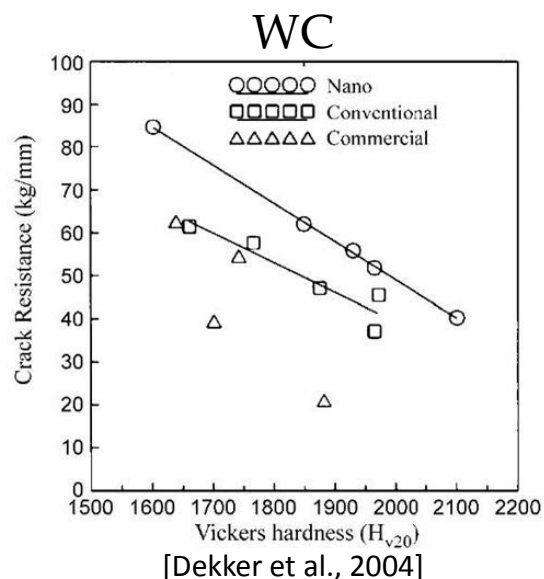
Получатель субсидии: ФГБОУ ВПО МГТУ «СТАНКИН»

Индустриальный партнер: ОАО «ВНИИИНСТРУМЕНТ»

Объем субсидии: 75 млн. руб. в т.ч. в 2014 г. 25 млн. руб., в 2015 г. 25 млн. руб., в 2016 г. 25 млн. руб.

Объем привлекаемых внебюджетных средств: 32,16 млн. руб., в т.ч. в 2014 г. 10,72 млн. руб., в 2015 г. 10,72 млн. руб., в 2016 г. 10,72 млн. руб.

Научный руководитель работ: Торресильяс Рамон Сан Миллан, профессор, PhD в области физики, PhD в области материаловедения, начальник лаборатории искрового плазменного спекания МГТУ «СТАНКИН», директор Исследовательского центра нанотехнологий и наноматериалов (ИЦНН), Астурия, Испания.



Нанокompозитные материалы - новый класс инженерных материалов, содержащих только наноразмерные фазы с геометрическими размерами меньше, чем 100 нм. Эти материалы обладают **улучшенными** механическими и высокотемпературными свойствами и могут иметь расширенное применение в машиностроении, аэрокосмической отрасли и обрабатывающей промышленности.



Цель выполнения приоритетного научного исследования:

Создание наноструктурированных керамических материалов, модифицированных углеродными нанокластерами, с улучшенными физико-механическими свойствами, значительно превосходящие существующие аналоги по параметрам: с пониженной не менее чем в 10 раз пористостью, повышенными в 2 и раза трещиностойкостью, в 1,5 раза и более стойкостью к термоудару, в 1,3 раза и более теплопроводностью.

Задачи приоритетного научного исследования:

- Получение функционализированного графена, оксида графена и нановолокон, которые могут быть интегрированы в керамическую матрицу и производственный процесс получения керамических нанокompозитов.
- Разработка технологии обработки керамических нанокompозитов с помощью гибридного искрового плазменного спекания для получения плотных образцов с повышенным комплексом эксплуатационных свойств.

На первом этапе проекта на средства субсидии выполнены следующие работы по плану-графику:

По п. 1.1. ПГ проведен аналитический обзор современной научно-технической, нормативной, методической литературы.

По п. 1.2. ПГ проведены патентные исследования по ГОСТ 15.011 – 96.

По п. 1.3. ПГ обосноване выбора направлений исследований, методов и средств изучения структуры, и свойств экспериментальных образцов.

По п. 1.4. ПГ разработаны технологические требования для материалов разрабатываемых композитов, исходных порошковых материалов и функционализированных наночастиц графена, оксида графена, углеродных нанотрубок и нановолокон.

По п. 1.5. ПГ разработана программа и методики микроструктурных исследований и фазового анализа исходных материалов.

По п. 1.6. ПГ проведены микроструктурные исследования и фазовый анализ исходных материалов.

По п. 1.7. ПГ проведены экспериментальные исследования по функционализации углеродного сырья на основе графена, оксида графена и нановолокон для устранения проблем интеграции в керамическую матрицу и распределения углеродных наночастиц.

По п. 1.8. ПГ разработаны научные и технологические принципы консолидации наноматериалов на основе оксидной и нитридной керамики путем высокоэнергетической механоактивационной обработки с помощью метода гибридного искрового плазменного спекания.

По п. 1.9. ПГ проведены исследования оптимальных режимов получения функционализированных углеродных нанотрубок и нановолокон.

По п. 1.10 ПГ разработан лабораторный регламент на процесс изготовления функционализированных углеродных нанотрубок и нановолокон.

По п. 1.11 ПГ изготовлены экспериментальные образцы функционализированных углеродных нанотрубок и нановолокон.

По п. 1.12 ПГ проведены работы по достижению показателей результативности проекта.

По п. 1.13 ПГ закуплены материалы и оборудование для выполнения ПНИ.

На первом этапе проекта на внебюджетные средства выполнены следующие работы по плану-графику:

По п. 1.14. ПГ разработана программа и методики исследований полученных функционализированных наночастиц графена, оксида графена, углеродных нанотрубок и нановолокон.

По п. 1.15. ПГ проведены исследования функционализированных углеродных нанотрубок и нановолокон по разработанной программе и методикам исследований.

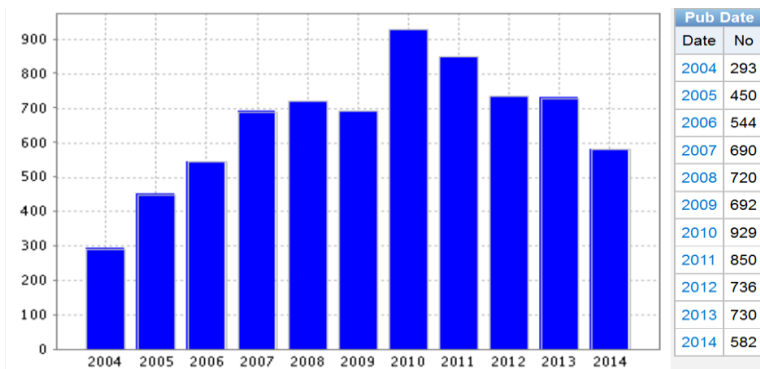
По п. 1.16 ПГ разработана программа и методики исследовательских испытаний экспериментальных образцов наноструктурированного керамического материала на основе нитридов и карбидов, модифицированных наночастицами графена, оксида графена, углеродными нанотрубками и нановолокнами.

По п. 1.17 ПГ разработаны технологические требования, предъявляемые к экспериментальным образцам режущих пластин из полученных керамических нанокompозитных материалов, модифицированных функционализированными углеродными нанотрубками, графеном и оксидом графена.

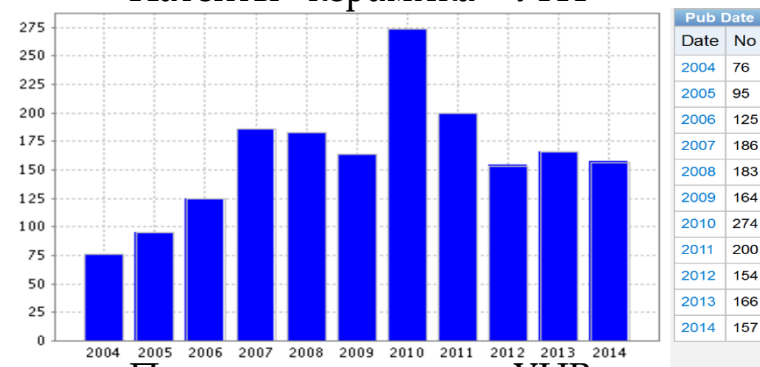
По п. 1.18 ПГ разработана программа и методики испытаний экспериментальных образцов режущих пластин из полученных керамических нанокompозитных материалов, модифицированных функционализированными углеродными нанотрубками и нановолокнами, графеном и оксидом графена.

По п. 1.19 ПГ обеспечено материально-техническое обеспечение работ этапа.

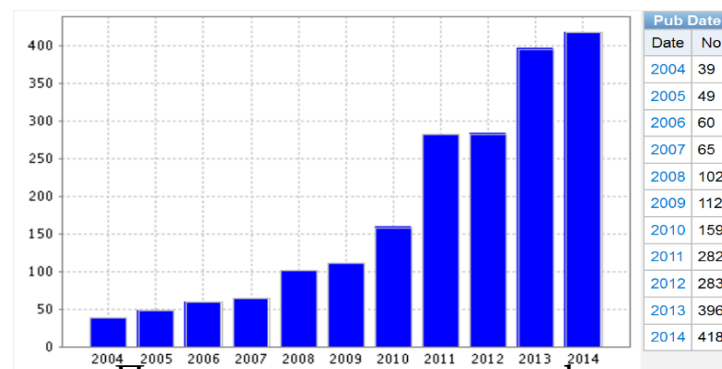
Работы проведены по п. 1.2. ПГ проведены патентные исследования по ГОСТ 15.011 – 96.



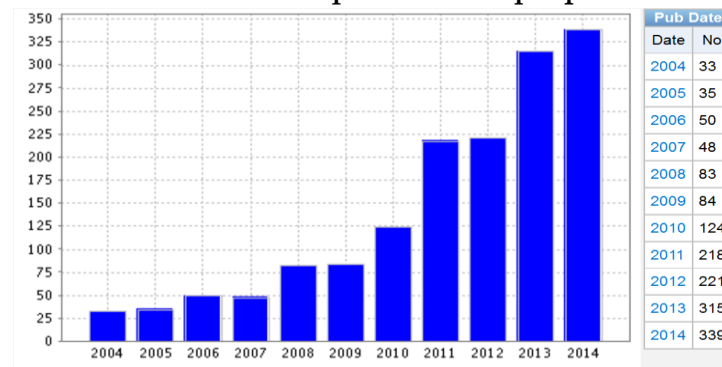
Патенты «керамика + УНТ»



Патенты «керамика + УНВ»



Патенты «керамика + графен»



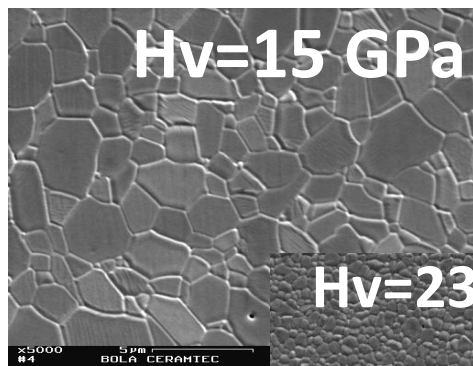
Патенты «керамика + оксид графена»

До сих пор нет промышленного внедрения передовых нанокмполитных материалов с углеродными нанокластерами¹. Почему?

¹<http://www.wipo.int/patentscope/es/>

² M. Peplow Graphene: The quest for supercarbon. Nature, 2013, 503, pp. 327 - 329

Работы проведены по п. 1.3. ПГ обосноване выбора направлений исследований, методов и средств изучения структуры, и свойств экспериментальных образцов.

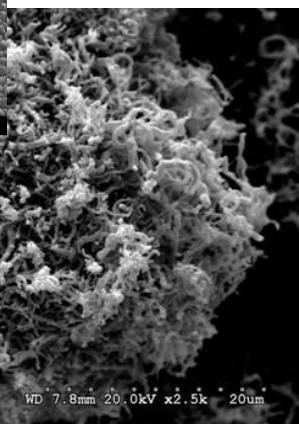


*Горячее
прессование*



*Искровое
плазменное
спекание*

*Рост зерна
существенно
снижает
механические
свойства*

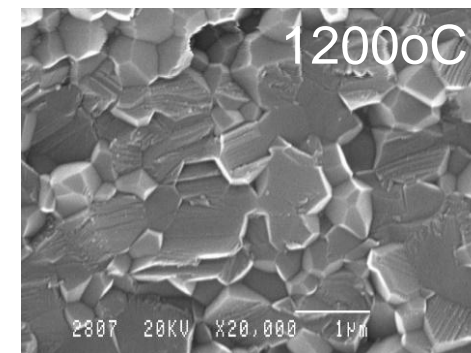
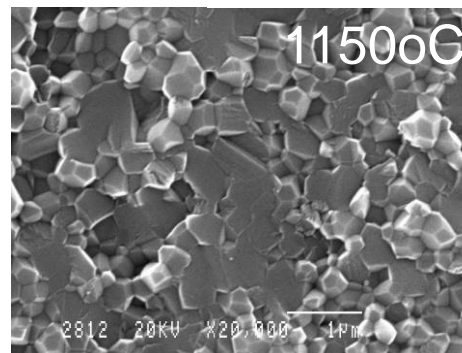
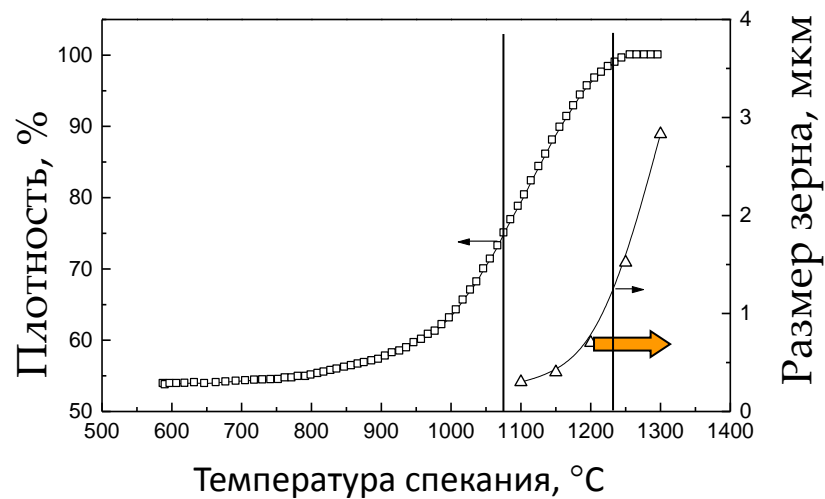
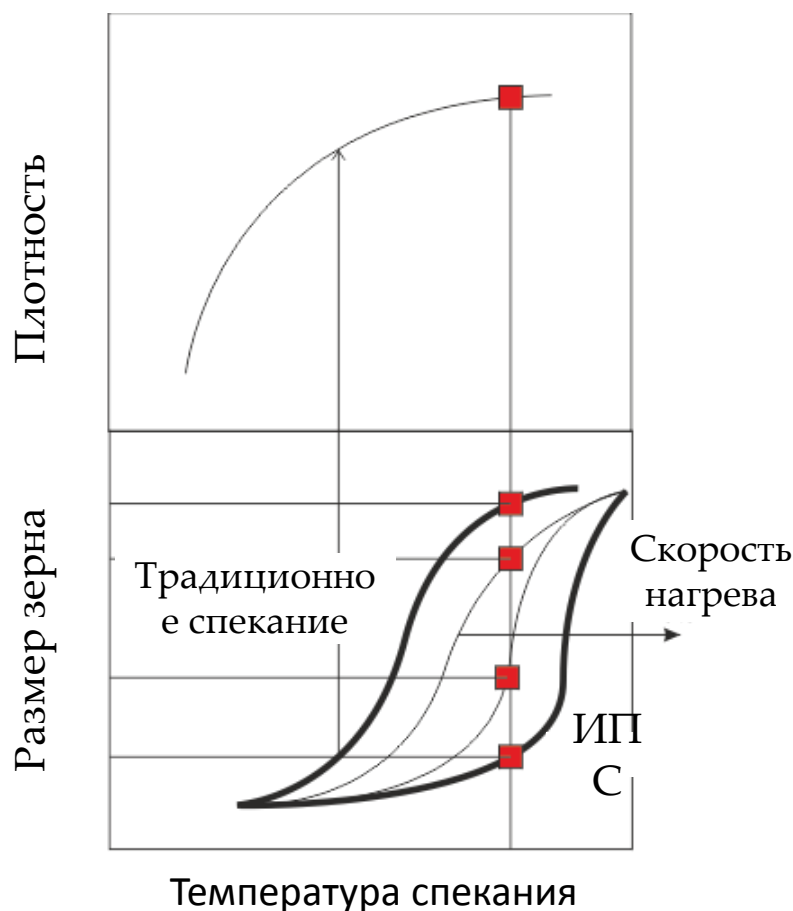


Агломерат углеродных нанотрубок

- Необходимость сохранения свойств исходного порошкового материала.
- Наночастицы и углеродные нанокластеры имеют тенденцию к образованию агломератов и их смесь сложно превратить в гомогенный порошок.
- Технологический цикл подготовки углеродных наноматериалов являются наиболее трудоёмкими в получении такого рода материалов.

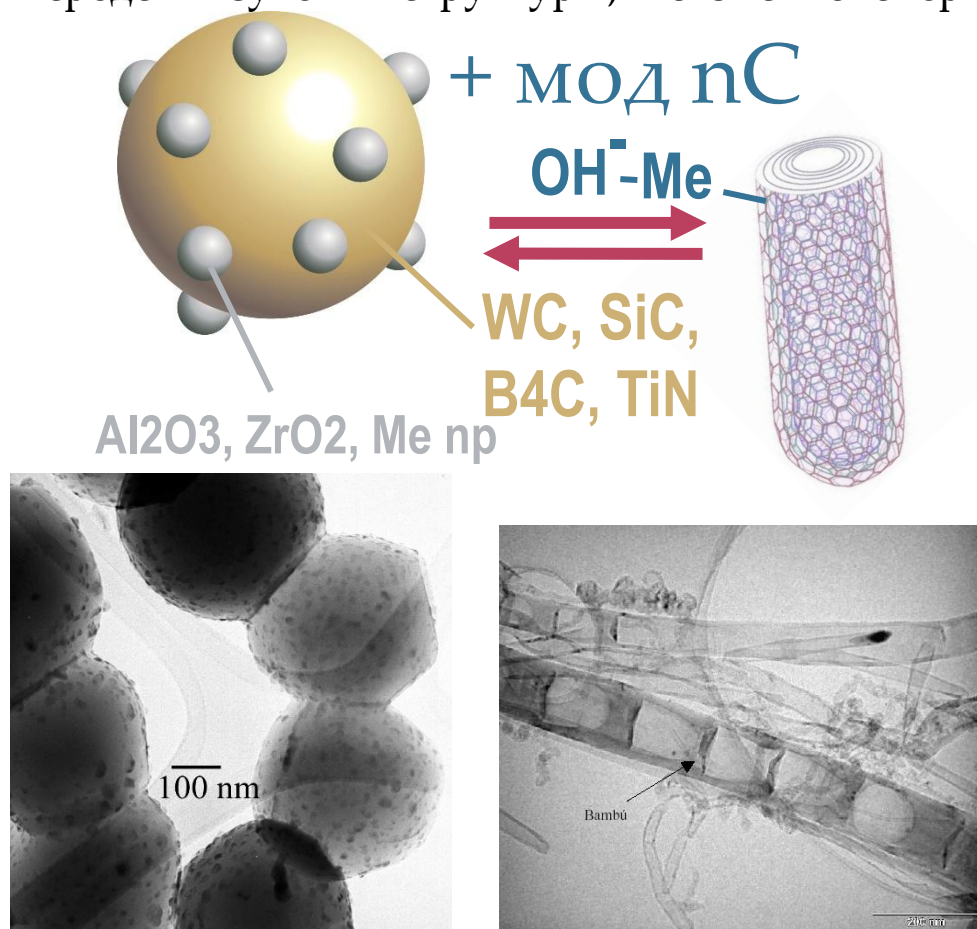
Как перейти к промышленному производству передовых нанокompозитных материалов?

Работы проведены по п. 1.3. ПГ обосноване выбора направлений исследований, методов и средств изучения структуры, и свойств экспериментальных образцов.



Размер зерна спекеного СПС Al₂O₃, при различных температурах

Работы проведены по п. 1.3. ПГ обосноване выбора направлений исследований, методов и средств изучения структуры, и свойств экспериментальных образцов.



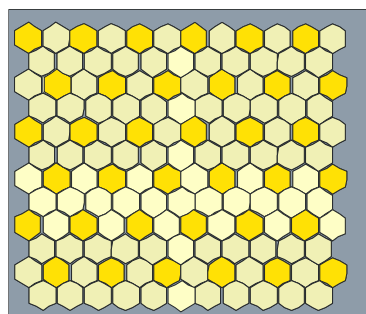
- наночастицы карбидов и нитридов имеют оксидный пассивированный слой на поверхности; функционализация традиционным коллоидными методами углеродных наночастиц.



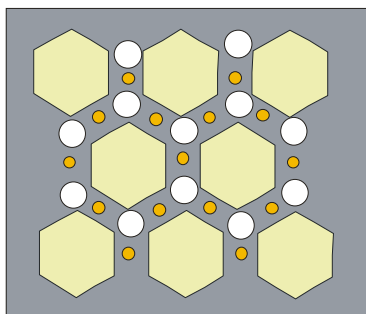
Химическая связь между частицами керамической матрицы и углеродными наночастицами

Работы проведены по п. 1.3. ПГ обосноване выбора направлений исследований, методов и средств изучения структуры, и свойств экспериментальных образцов.

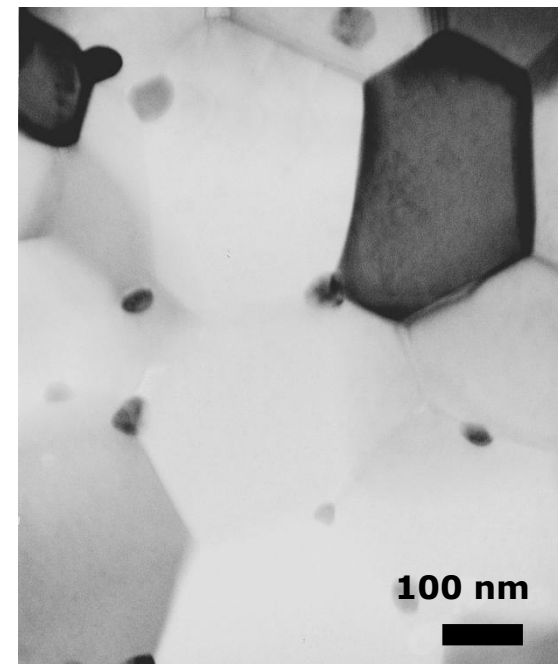
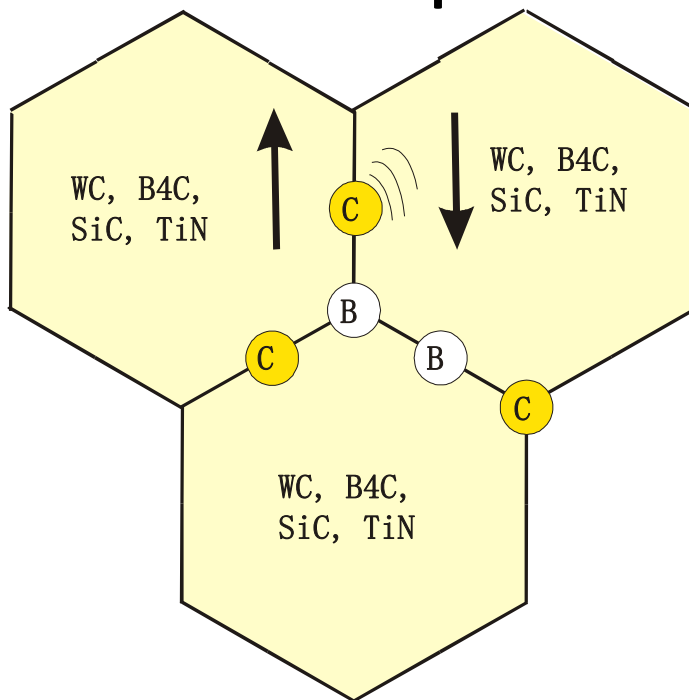
ABC Материал



Нано-Нано



Микро-нано



- A** : Частицы керамической матрицы
- B** : Углеродные 1d и 2d наночастицы
- C** : Ультра дисперсные частицы Al_2O_3 , ZrO_2 и металлов

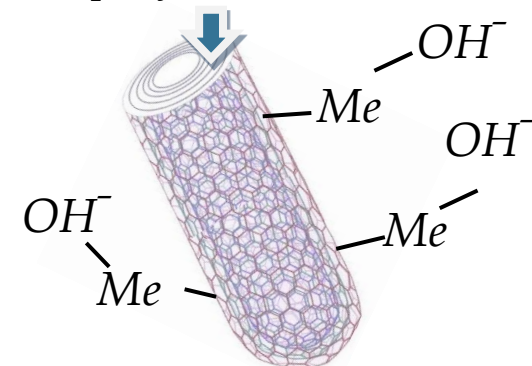
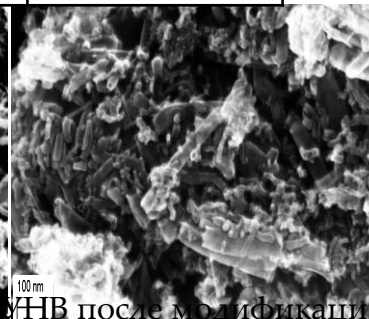
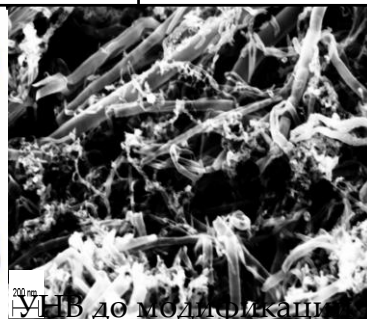
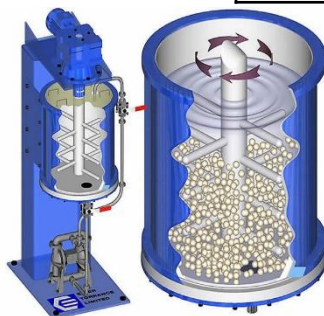
Работы проведены по п. 1.7. ПГ проведенные экспериментальных исследования по функционализации углеродного сырья на основе графена, оксида графена и нановолокон для устранения проблем интеграции в керамическую матрицу и распределения углеродных наночастиц.



Материал	Плотность (г/см ³)
УНВ до модификации	0.08 ± 0.01
УНВ после модификации	0.41 ± 0.01

% хим. состав	Исходные УНВ	Очищенные УНВ
C	88.33 ± 0.87	98.92 ± 0.21
H	0.43 ± 0.07	0.05 ± 0.01
N	0.20 ± 0.04	0.04 ± 0.01
S	0.69 ± 0.12	0.01 ± 0.001
O	2.11 ± 0.23	0.51 ± 0.11
Ni	8.00 ± 0.39	0.55 ± 0.09

Me прекурсор,
например $AlCl_3 \cdot 6H_2O$
+
УНТ, УНВ
↓
Смешивание, гомогенизация,
просушивание



№ п/п	Наименование	Единица измерения	Запланировано на текущий 2014 год	Итого за текущий год
Индикаторы				
1	Объем привлеченных внебюджетных средств	млн. руб.	10,72	10,72014
2	Число публикаций по результатам проекта в научных журналах, индексируемых в базе данных Scopus или в базе данных "Сеть науки" (WEB of Science)	единиц	2	2
3	Доля исследователей в возрасте до 39 лет в общей численности исследователей-участников проекта	процентов	41,5	44
4	Число патентных заявок, поданных по результатам проекта	единиц	1	1
Показатели				
1	Число диссертаций на соискание ученых степеней, защищенных по результатам проекта	единиц	0	0
2	Средний возраст исследователей – участников проекта (не более)	лет	45	43
3	Количество мероприятий по демонстрации и популяризации результатов и достижений науки, в которых приняла участие и представила результаты проекта организация - исполнитель проекта	единиц	1	1
4	Количество использованных при проведении исследований и разработок в рамках проекта уникальных научных установок	единиц	6	6
5	Количество используемых при проведении исследований и разработок объектов зарубежной инфраструктуры сектора исследований и разработок	единиц	0	0
6	Количество центров коллективного пользования научным оборудованием, научное оборудование которых использовалось при проведении исследований и разработок в рамках проекта	единиц	1	1

По результатам проекта направлены в научные журналы следующие статьи:

1. Название: Functionalization of carbon nanofibres obtained by floating catalyst method
Авторы: Adolfo Fernández, Pavel Peretyagin, Washington Solís, Ramón Torrecillas, Amparo Borrell
Журнал: Journal of nanoparticle research

2. Название: Antiresonance in (Ni,Zn)Ferrite-Carbon nanofibers nanocomposites
Авторы: L Fernández-García, M Suárez, J L Menéndez, C Pecharromán, R. Torrecillas, P. Y. Peretyagin, J Petzelt, M Savinov, Z Frait
Журнал: Materials Research Express

По результатам проекта отправлена заявка на патент:

Способ получения нанокompозита графена и карбида вольфрама
Регистрационный номер: 2014146199 от 18.11.2014 г.

Согласно п. 1.13 ПГ закуплено следующее спецоборудование для выполнения ПНИ:



Конфокальный КР микроскоп DXR
(Thermo Scientific, США).

Стоимость 9,0 млн рублей.

Используется для изучения углеродных
и керамических наноматериалов
согласно п. ПГ 1.7, 1.9, 1.11, 1.14, 1.15.



Пикнометр для определения кажущейся
плотности, в том числе насыпной
плотности порошковых наноматериалов
GeoPyc 1360 (Micromeritics, США).

Стоимость 1,5 млн рублей.

Использован в п. ПГ 1.7, 1.9, 1.11, 1.14,
1.15.

1. В ходе выполнения работ были достигнуты все цели, поставленные перед исполнителями проекта ПНИ по ТЗ и плану-графику на этап №1.
2. В рамках исполнения обязательств по соглашению о предоставлении субсидий №14.577.21.0088 от 22 июля 2014 г. выполнены все индикаторы и показатели.
3. В рамках целевого расходования средств субсидии произведены расходы на оплату труда работников, расходы, непосредственно связанные с выполнением ПНИ, расходы на приобретение спецоборудования, расходы на оплату работ, выполняемых сторонними организациями, расходы на командировки, прочие расходы и накладные расходы организации. Остаток средств субсидий составляет 0,0 (ноль) рублей.