**Резюме проекта, выполняемого**

**в рамках ФЦП**

**«Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-**

**технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»**

по этапу № 5/итоговый

**Номер Соглашения о предоставлении субсидии:** 14.577.21.0089

**Тема:** «Разработка технологии получения беспористых нанокомпозитных керамических материалов с повышенными эксплуатационными свойствами, модифицированных углеродными нановолокнами и графеном»

**Приоритетное направление:** Индустрия наносистем (ИН)

**Критическая технология:** Технологии получения и обработки функциональных наноматериалов

**Период выполнения:** 22.07.2014 - 31.12.2016

**Плановое финансирование проекта:** 104.66 млн. руб.

Бюджетные средства 72.50 млн. руб.,

Внебюджетные средства 32.16 млн. руб.

**Получатель:** федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Московский государственный технологический университет "СТАНКИН"

**Индустриальный партнер:** Открытое акционерное общество "ВНИИИНСТРУМЕНТ"

**Ключевые слова:** нанокомпозиты, наноматериалы, углеродные нановолокна, углеродные нанотрубки, графен, оксид графена, керамики, износостойкие жаропрочные материалы, материалы с нулевым термическим расширением, искровое плазменное спекание, гибридное горячее прессование-искровое плазменное спекание.

**1. Цель проекта**

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

1.2 Получение функционализированного графена и оксида графена.

1.3 Получение функционализированного графена, оксида графена и нановолокон, которые могут быть интегрированы в керамическую матрицу и производственный процесс получения керамических нанокомпозитов.

1.4 Разработка технологии обработки керамических нанокомпозитов с помощью гибридного искрового плазменного спекания для получения плотных образцов с повышенным комплексом эксплуатационных свойств.

**2. Основные результаты проекта**

На предыдущих этапах работ были разработаны технологические требования для исходных наноматериалов, порошковых смесей и получаемых беспористых нанокомпозитов, функционализированных углеродных нанотрубок, нановолокон, графена и оксида графена. Разработан лабораторный регламент на получения функционализированных нанотрубок и нановолокон и изготовлены данные материалы. Разработаны программы и методики проведения исследований и испытаний получаемых наноструктурированных материалов. Разработаны регламенты получения смесей керамических порошков, получения керамических материалов модифицированных функционализированными углеродными нанотрубками и наовлокнами. Разработан прогрессивный метод коллоиодного смешивания и распылительной сушки керамических нанокомпозитных материалов на основе наночастиц оксида алюминия, нановолокон карбида кремния и ультрадисперсных частиц карбида титана. Изготовлены образцы керамического материалов, модифицированных функционализированными углеродными нанотрубками и наовлокнами. Из полученного материала изготовлены режущие пластины. Получены высокоплотные образцы нанокомпозитного керамического материала, плотность более чем 99,99%. Трещиностокость образцов составила более 10 МПа м1/2. Указанные свойства получены благодаря сохранению исходной микроструктуры зерна и равномерного распределения всех фаз по всему объему нанокомпозита. Также данный материал электропроводный, и обладает достаточной электропроводностью для его обработки методами электроэрозионной обработки. Разработан передовой метод коллоидного смешивания и лиофильной сушки композиции нанопрошков, модифицированных функционализированым оксидом графена, имеющих различную плотность, размеры и морфологию, позволяющий получать гомогенную их смесь. Получен новый инструментальный материал с совместно двумя высокими свойствами: твердостью и трещиностойкостью. Изготовлены из полученного материла сменные многогранные режущие пластины.проведены стойкостные испытания в области точения жаропрочного сплава ХН77ТЮР. Полученные результаты показали более чем в 5 раз выше стойкость нового материала по сравнению с передовыми доступными на рынке режущими инструментами. разработан метод получения функционализированного оксида графена по методу гидротермального синтеза наночастиц оксида циркония на поверхностях оксида графена при различных технологических режимах. Разработанный метод химического осаждения оксида циркония на оксид графена позволил получить равномерно распределенные по всей поверхности частицы диаметром менее 20 нм. На основе полученных результатов функционализации оксида графена получены смеси керамических порошков. Разработана технология их искрового плазменного спекания. Получены высокоплотные образцы керамических материалов, модифицированных функционализированными наночастицами оксида графена. Из полученных керамических нанокомпозитов изготовлены инновационные керамические режущие инструменты. Проведены стойкостные испытания полученных режущих инструментов на примере точения жаропрочного сплава. Исследованы микроструктура, механические и тепловые свойства полученных на предыдущем этапе керамических нанокомпозитов, модифицированных функционализированным графеном. Впервые применены функционализированные оксидом циркония наночастицы оксида графена для модификации керамической матрицы с целью их последующего искрового плазменного спекания и получения высокопрочных нанокомпозитов. Разработанные технологии и методы модификации частиц и их смешения с комбинацией их гибридного искрового плазменного спекания позволили создать инновационные сверхпрочные керамических нанокомпозиты, пригодные для их применения в качестве режущих материалов для создания керамических режущих инструментов для обработки труднообрабатываемых материалов, способных работать на повышенных режимах резания и обладающих повышенной, по сравнению с аналогами, стойкостью.

Были разработаны технологии функционализиации углеродных наноматериалов, технологии смешения функционализированных углеродных наноматериалов с указанными выше системами и технологии искрового плазменного спекания полученных смесей нанопорошковых композиций. Полученые беспористые керамические материалы, на основе системы Al2O3-SiCw с добавлением функционализированных ультрадисперсными частицами оксида циркония оксида графена превзошли свойства, заданные в техническом задании. Нанокомпозит на основе Al2O3-SiCw-(GO/ZrO2) имеет следующие свойства: - объемное содержание пор, менее чем 0,01%; размер зерна нанокристалла не более 500 нм, для зерна оксида циркония размер зерна нанокристалла менее 20 нм; трещиностойкость, более чем 13,24 МПа·м1/2; стойкость к термоудару, более чем 15 теплосмен; теплопроводность, более чем 41,07 Вт/м·К, наличие агломераций и конгломераций УНМ, менее чем 500 нм, неравномерность распределение углеродных наноматериалов от края к центру спеченного образца менее 10%.

Индустриальным партнером из полученных беспористых керамических материалов изготовлены керамические режущие пластины, проведены их сравнительные испытания на примерах точения трудонообабатываемыъ сталей и сплавов. Проведны сравнительные испытания на примере получистовой обработки конструкционных сталей при прерывистом резании (для систем WC); на примере чистовой и получистовой обработки серых чугунов на высоких скоростях резания при малых скоростях резания, в стабильных условиях без применения СОЖ (для систем Al2O3-ZrO2-TiN); на примере чистовой, получистовой и черновой обработки серых, высокопрочных чугунов на высоких и сверхвысоких скоростях резания при малых и средних глубинах резания, в том числе при прерывистом резании без применения СОЖ (для систем Si3N4); на примере чистового и получистового точения конструкционных углеродистых и легированных сталей в закаленном состоянии до 50HRC без применения СОЖ (для систем TiC); и на примере чистового точения сплавов на основе никеля, например ХН77ТЮР, ХН65ВМТЮ, ХН35ВТЮ ГОСТ 5632-72 (для систем Al2O3-SiCw-TiC и Al2O3-SiCw).

Разработаны технологии получения беспористых нанокомпозитных керамических материалов с повышенным комплексом эксплуатационных свойств, модифицированных углеродными нановолокнами и графеном изготавливались по следующим технологическим цепочкам:

- функционализиция исходного углеродного наносырья. Проведены работы и разработаны соответствующие лабораторные регламенты для функционализации углеродного наносырья следующих модификаций углерода: углеродных нанотрубок (УНТ), углеродных нановолокон (УНВ), графена (Г) и оксида графена (ГО);

- смешение функционализированного углеродного наносырья с керамическими матрицами следующих систем: WC, Al2O3-ZrO2-TiN, Si3N4, TiC, Al2O3-SiCw-TiC и Al2O3-SiCw. Разработаны соответствющие лабораторные регламенты смешивания композиций порошковых наноматериалов;

- искрового плазменное спекание указанных выше систем до получения беспористых (менее 0,01%) керамических нанокомпозитных материалов;

- алмазная резка и шлифование полученных беспористых нанокомпозитных материалов до высокоточных сменных многогранных режущих пластин.

Экспериментальные образцы наноструктурированного керамического материала на основе нитридов и оксидов, модифицированных углеродными нанокластерами, обладают следующими свойствами:

- пористость, не более 0,01%.

- размер зерна нанокристалла, не более 20 нм.

- трещиностойкость, не менее 13 МПа\*м1/2.

- стойкость к термоудару (ГОСТ Р 52542-2006), не менее 15 теплосмен.

- теплопроводность, не менее 40 Вт/м\*К.

Полученные экспериментальным путем образцы функционализированного углеродного сырья: углеродных волокон, графена и оксида графена обладают свойствами равномерного распределения (не более 10% неравномерности) в керамической матрице без образования агломераций и конгломераций более 500 нм по длинной стороне образования.

**3. Охраноспособные результаты интеллектуальной деятельности (РИД), полученные в рамках прикладного научного исследования и экспериментальной разработки**

В ходе выполнения ПНИ поданы три заявки на охраноспособные результаты интеллектуальной деятельности (РИД).

Одна заявка подана в 2014 году:

- Заявка на изобретение РФ: "Способ получения нанокомпозита графена и карбида вольфрама" (регистрационный № 2014146199, дата поступления заявки 18 ноября 2014 года). Авторы изобретения: Григорьев С.Н., Торресильяс Сан Миллан Рамон, Соли Пинарготе Н.В., Новиков С.В., Пожидаев С.С., Перетягин П.Ю.

Две заявки в 2015, из них:

- Заявка на получения патента РФ "Устройство для получения изделий из композиционных материалов" / Полезная модель. Авторы: Торресильяс Р. С-М., Солис Пинарготе Н.В., Журавлев М.В., Новиков С.В., Селезнев А.Е., Фокин П.В., Перетягин П.Ю. Регистрационный номер заявки 2015154254, Дата поступления заявки 17.12.2015г.

- Заявка на получения патента РФ "Устройство для получения изделий из композиционных материалов" / Полезная модель. Авторы: Торресильяс Р. С-М., Солис Пинарготе Н.В., Журавлев М.В., Новиков С.В., Селезнев А.Е., Фокин П.В., Перетягин П.Ю. Регистрационный номер заявки 2015154252, Дата поступления заявки 17.12.2015г.

Две заявки в 2016, из них:

- Заявка на изобретение "Способ получения токопроводящего керамокомпозитного изделия". Авторы: Григорьев Сергей Николаевич, Торресильяс Сан Милан Рамон, Перетягин Павел Юрьевич, Солис Пинарготе Нестор Вашингтон, Смирнов Антон Викторович. Номер заявки 2016151542. Дата поступления от 27.12.2016 г.

- Заявка на изобретение "Способ получения черного керамокомпозитного изделия". Авторы: Торресильяс Сан Милан Рамон, Солис Пинарготе Нестор Вашингтон, Перетягин Павел Юрьевич, Пристинский Юрий Олегович, Смирнов Антон Викторович. Номер заявки 2016151539. Дата поступления от 27.12.2016 г.

В настоящее время получен один патент на изобретение и два патента на полезные модели:

- Патент РФ на изобретение №2570691 от 13.11.2015 г. : Способ получения нанокомпозита графена и карбида вольфрама. Авторы: Григорьев С.Н., Торресильяс С.-М. Р., Солис Пинарготе Н.В., Новиков С.В., Пожидаев С.С., Перетягин П.Ю.

- Патент РФ на полезную модель № 163794 от 19.06.2016 г. : "Устройство для получения изделий из композиционных материалов". Авторы: Торресильяс Р. С-М., Солис Пинарготе Н.В., Журавлев М.В., Новиков С.В., Селезнев А.Е., Фокин П.В., Перетягин П.Ю.

- Патент РФ на полезную модель №163893 от 25.07.2016 г.: "Устройство для получения изделий из композиционных материалов". Авторы: Торресильяс Р. С-М., Солис Пинарготе Н.В., Журавлев М.В., Новиков С.В., Селезнев А.Е., Фокин П.В., Перетягин П.Ю.

**4. Назначение и область применения результатов проекта**

Индустриальным партнером проекта является ОАО "ВНИИИНСТРУМЕНТ", который проявляет значительную заинтересованность в инновационных керамических материалам по двум основным направлениям: - применение инновационных керамических материалов для получения нового поколения инновационных режущих инструментов для обработки труднообрабатываемых сталей и сплавов; - применение инновационных керамических материалов для нужд партнеров предприятия. Например таких как электроды для микро электроэрозионной обработки, керамической тепло- и бронезащите, получения различных изделий машиностроительного применения.

**5. Эффекты от внедрения результатов проекта**

Полученные результаты указывают на большой эффект от внедрения указанных инновационных с повышенной стойкостью режущих пластин в обрабатывающую промышленность, особенно при обработке жаропрочных и закаленных сталей и сплавов, высоколегированных чугунов. Указанные материалы находят широкое применение в таких прогрессивных отраслях как авиакосмическая отрасль, машиностроение и приборостроение.

**6. Формы и объемы коммерциализации результатов проекта**

Используемые методы и подходы, а также существующая материальная база исполнителя и индустриального партнера в совокупности с реальным применением полученных материалов, испытанным в производственных условиях могут существенно насытить рынок для обработки и в том числе микрообработки резанием и электроэрозионной обработки инструментом полученном из разрабатываемых суперсовременных материалов.

**7. Наличие соисполнителей**

Соисполнитель проекта в 2014 году ОАО "НИИИЗМЕРЕНИЯ".

Соисполнители в 2015 году не привлекались.

Соисполнители в 2016 году не привлекались.