

## Отчет о выполнении работ по Соглашению о предоставлении субсидии № 14.577.21.0009 от «05» июня 2014 г.

### Этап 3

Тема проекта: «Разработка технологии крупногабаритных керамических изделий сложной конфигурации для различных областей промышленности на основе высококонцентрированных наномодифицированных суспензий»

В период выполнения 3-его этапа работ по Соглашению о предоставлении субсидии от «05» июня 2014 г. № 14.577.21.0009 в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса на 2014-2020 годы» по теме «Разработка технологии крупногабаритных керамических изделий сложной конфигурации для различных областей промышленности на основе высококонцентрированных наномодифицированных суспензий» были выполнены следующие работы:

1. Выполнен поиск оптимального соотношения крупнозернистого наполнителя и мелкозернистой связки.

Исходя из проведенных экспериментов, можно рекомендовать для составления керамической шихты следующий состав:

- крупнозернистый наполнитель – электрокорунд фракции минус 3 плюс 0,5 – 40 % массы;
- мелкозернистый наполнитель – электрокорунд фракции минус 0,5 крупка – 30 % массы;
- мелкодисперсный наполнитель и связующее – ГРТ + нанодисперсное технологическое связующее – 30 % массы.

2. Проведен выбор типа смесителя и режимов перемешивания шихты (порядок загрузки компонентов, время перемешивания, скорость перемешивающего устройства).

На основании проведенных исследований можно рекомендовать для получения качественной керамической смеси использовать планетарный смеситель и следующий порядок загрузки компонентов шихты и время смешивания:

- в смесительную чашу сначала загружается компонент среднего фракционного состава (электрокорунд фракции минус 0,5), затем загружаются мелкодисперсные компоненты (ГРТ и нанодисперсное технологическое связующее) последним загружается крупно фракционный наполнитель (электрокорунд фракции минус 3 плюс 0,5);
- загрузка производится в работающий смеситель, паузы между загрузкой компонентов шихты не должны превышать 30 с;
- после смешивания всех компонентов добавляется вода в два этапа равными дозами;
- общее время перемешивание не должно превышать 3 мин.

3. Исследовано влияние влажности массы на процессы, проходящие при сушке отформованного изделия.

Были проведены исследования по влиянию влажности на процессы, происходящие при сушке отформованного изделия. Опытным путем было установлено, что оптимальным содержанием воды для формования изделия составляет 9 % масс. сверх общего количества шихты, при котором не наблюдается дефектов поверхности изделия, не имеется микротрещин, большого количества открытых пор. При 6 и 10 % содержания воды сверх массы в отформованных образцах наблюдаются отклонения от требуемых свойств. Образцы с 7 и 8 % содержания воды имеют похожие свойства, но недостаточными для изготовления изделий.

4. Исследовано влияния параметров вибрации (амплитуда, частота, продолжительность формования) на свойства получаемых экспериментальных образцов;

Проведенные исследования показали, что оптимальными параметрами вибрации для получения образцов с наилучшими показателями свойств является:

- 1) частота – 50 Гц;
- 2) амплитуда – 5 мм;
- 3) количество циклов формования – 2;
- 4) продолжительность цикла формования – 2 мин.

5. Проведено исследование типа виброколебаний (продольные, вертикальные), которые необходимы для получения экспериментальных образцов с максимальными характеристиками;

Проведенные исследования показали, что при частоте 50 Гц вертикальные колебания формируют высокую уплотняемость и требуемые свойства экспериментальных образцов по сравнению с горизонтальными колебаниями. Горизонтальные колебания не способствуют выходу воздуха из образцов и наблюдается высокая пористость, а при повышении 5 мм наблюдается расслаиваемость.

6. Исследовано влияние состава шихты и влажности массы на сроки её «схватывания»;

На основании проведённых исследований удалось изучить влияние количества нанодисперсного технологического связующего в составе шихты и воды для затворения формовочной смеси на сроки схватывания формовочной смеси.

Результаты проведённых исследований подтвердили правильность выбора состава шихты:

- крупнозернистый наполнитель (электрокорунд фракции минус 3 плюс 0,5) 40 %;
- мелкозернистый наполнитель (электрокорунд фракции минус 0,5 (крупка)) 30 %;
- мелкодисперсная связка (ГРТ – глинозем реактивный тонкодисперсный) 27 %;
- нанодисперсное технологическое связующее 3%.

Проведенные исследования позволили сформулировать рекомендации по режиму сушки изделий:

- естественная сушка очень длительный процесс и не дает достаточной технологической прочности. Целесообразная продолжительности естественной сушки около 60 мин (испарение несвязанной воды с поверхности и из крупных пор);

– для достижения приемлемой технологической прочности сырца необходимо проводить принудительную сушку при температурах близких, но не превышающих температуру кипения воды.

7. Выбор экологически чистых добавок, позволяющих регулировать сроки схватывания заготовки.

Проведен обзор добавок, позволяющих регулировать сроки схватывания заготовки. Как видно из приведенного анализа, в промышленности используются различные виды вяжущих материалов и модифицирующих добавок, которые существенным образом влияют на скорость твердения («схватывания») смесей. Однако, в состав этих добавок входит довольно большое количество (более 10 масс. %) различных компонентов, существенно изменяющие элементный состав рабочей смеси. Это абсолютно неприемлемо в рамках данной работы, так как, исходя из поставленной задачи, общая доля композиционных составляющих не должна превышать 0,6 % от массы основного компонента (оксид алюминия) порошкового материала.

8. Разработаны методики измерения свойств массы для формования.

Метод определения консистенции керамических формовочных смесей.

Консистенцию керамических формовочных смесей определяют с целью уточнения количества воды, указанного в нормативном документе и необходимого для приготовления огнеупорной смеси с заданным индексом растекаемости.

Сущность метода. Метод основан на измерении относительного изменения диаметра образца из огнеупорной массы при вибрации.

Для контроля равномерности перемешивания шихты была разработана методика определения равномерности перемешивания керамической шихты.

Методика предназначена технологического контроля равномерности перемешивания шихты и применима только для смесей с использованием нанодисперсного технологического связующего.

Равномерность распределения нанодисперсного технологического связующего контролируется по равномерности окраса смеси в различных местах смесительной чаши.

Для контроля влажности исходных составляющих шихты, керамической формовочной смеси и изготовленных полуфабрикатов была разработана методика определения влажности порошков, формовочной смеси и полуфабрикатов.

Метод определения влажности основан на измерении массы определенного количества формовочной смеси до и после сушки до постоянной массы с последующим охлаждением в эксикаторе и взвешиванием на лабораторных весах.

9. Отработана методика обжига экспериментальных образцов;

На основании проведенных исследований можно рекомендовать следующий режим обжига:

– нагрев до 300 °С необходимо осуществлять со скоростью не более 20 °С совместно с печью;

– спекание необходимо проводить при температуре не менее 1600 °С, скорость нагрева от 300 °С до температуры спекания не оказывает заметного влияния на структуру получаемого материала;

– время выдержки при температуре спекания должно составлять не менее 1 часа и варьироваться в зависимости от объема изделия.

10. Разработан лабораторный технологический регламент вибролитья изделий сложной конфигурации из корундовой керамики.

Целью разработки лабораторного регламента являлось разработка технологического процесса получения капсуля из корундовой керамики с характеристиками готового продукта не менее заявленных в техническом задании на выполнение работ по Соглашению.

Лабораторный технологический регламент на процесс вибролитья капсуля из корундовой керамики согласован с Индустриальным партнером ЗАО «НТЦ «Бакор» и утвержден в установленном порядке.

11. Нарботана экспериментальная партия нанодисперсного технологического связующего для изготовления экспериментальных образцов изделий.

В ходе выполнения работ третьего этапа Соглашения № 14.577.21.0009 от 05 июня 2014 года была выполнена работа по наработке экспериментальной партии нанодисперсного технологического связующего.

Изготовление партии нанодисперсного технологического связующего проводились в соответствии с Лабораторным технологическим регламентом на изготовление нанодисперсного технологического связующего и полным комплексом технологического контроля. Изготовлено 1500 г. нанодисперсного технологического связующего.

12. Разработана эскизная конструкторская документация на экспериментальные образцы изделия сложной конфигурации из корундовой керамики;

Для дальнейшего выполнения работ по Соглашению о предоставлении субсидии от «05» июня 2014 г. № 14.577.21.0009 необходима отработка технологии вибролитья изделий из корундовой керамики на экспериментальных образцах. Для этих целей было выбрано изделие, часто применяемое как в лабораторных исследованиях, так и на многих стадиях производств – капсуль.

Капсуль – изделие из корундовой керамики представляет собой прямоугольную емкость 140x200x100 мм с толщиной стенок не менее 10 мм. Внешние стенки капсуля вертикальные, внутренние имеют уклон 2-4°, внутренние углы скруглены радиусом 3 мм.

Изделие используется для проведения высокотемпературной обработки (прокаливания, выжига связки, спекания и т.п.) материалов и изделий до 1500 °С.

Характеристики готового продукта:

– химический состав:  $Al_2O_3$  – не менее 88 % масс,  $CaO$  – не более 0,1 % масс,  $Na_2O$  – не более 0,5 % масс,  $SiO_2$  – не более 0,3 % масс;

– открытая пористость материала: не более 18%;

– предел прочности при сжатии: не менее 70 МПа;

– на изделии не должно содержаться трещин, сколов, газовых пузырей и каверн.

Разработан чертежная конструкторская документация на капсуль.

13. Проведены маркетинговые исследования.

По проведенным маркетинговым исследованиям можно сделать следующие выводы.

Мировой рынок технической керамики на основе оксида алюминия быстрорастущий и представлен тремя зонами: Азиатско-Тихоокеанский регион, Северная Америка и Европа. Прогнозируемое значение роста между 2014 и 2019 6,49 %. Крупнейшим регионом производства и потребления технической керамики является Азиатско-Тихоокеанский (почти 39,74 % от общего размера рынка). Китай доминирует на рынке технической керамики. За ним близко следуют производители и потребители технической керамики США. Потребители технической керамики группируются по отраслям: электроник, автомобильная промышленность, энергетика, промышленное оборудование, медицина, оборона и другие.

Рост сегмента потребителей, прежде всего, обусловлен растущей электронной промышленностью, главным образом в развивающихся странах.

Источниками сырья для производства технической керамики служат бокситы, от химического состава которого зависят затраты на обработку и цена. В России к числу крупных месторождений бокситов служащих сырьем для производства алюминия в нашей стране относятся Тихвинское (Ленинградская область), Северо-уральское (Свердловская область), Южноуральское (Челябинская область), Тургайское и Краснооктябрьское (Кустанайская область).

Основными производителями и потребителями огнеупорной керамики являются керамические заводы – предприятия, осуществляющие выпуск изделий для бытовых нужд, а также функционально-конструкционной продукции для применения в самых разных промышленных сферах: строительстве, машиностроении, металлургии, электротехнике и электронике, атомной энергетике, медицине, химической и нефтехимической, оборонной, космической отрасли.

В производстве керамики на основе оксида алюминия появилось новое направление – нанокерамика. Компактные наноструктурные материалы из измельченных частиц оксидов открыли новые перспективы в использовании керамических материалов, например, спекание наночастиц позволило получить прозрачную керамику, которая по показателям преломления, дисперсии, рабочих длин волн излучения превосходит стандартные диапазоны значений, установленные для оптических стекол.

Сегодня Российский рынок изделий из аллюмооксидной керамики по производителям разделен между иностранными производителями (35 %) и российскими производителями (65 %)

Импорт ввозимых изделий, например, по направлению керамические изоляторы за 2 квартала 2010 и 2011 годов составил более 5 млн. долларов. Основные страны – экспортеры: Китай, Германия, Япония, Нидерланды.

Данных по экспорту технической керамики за рубежным потребителям в доступных источниках информации не обнаружено. Предполагается экспорт в небольшом объеме по направлению керамические изоляторы для стран СНГ.

Основные потребители технической алюмооксидной керамики российского производства: электротехническая, электронная, оборонная. Автомобильная, и машиностроительная промышленности.

Рынок спроса на техническую керамику демонстрирует стабильный рост, в то же время ведущие мировые производители уверенно занимают основные доли рынка, создавая жесткие условия для конкуренции. Владея развитой производственной базой, эффективной логистикой и системой продвижения потребителям изделий из технической керамики, ведущие производители затрудняют выход новых игроков на рынок.

Условиями выхода на мировой рынок и завоевания своей доли являются высокое качество технической керамики, низкая цена, эффективная система продвижения товара, государственная поддержка.

С учетом истощения сырья (не возобновляемые источники) для удовлетворения собственных потребностей и выхода на мировые рынки рекомендуется:

- разработать низкочатратные технологии производства технической керамики на основе оксида алюминия для отраслей, спрос в которых на техническую керамику находится на подъеме: медицинская, оборонная и электронная промышленность, включая получение сертификатов на производимую продукцию;
- разработать эффективные технологии получения технической керамики на основе оксида алюминия из вторсырья;
- провести дополнительное исследование рынка технической керамики, специально-ориентированное на поиск новых изделий, в которых техническая керамика может быть использована как основной или вспомогательный компонент;
- создать эффективную систему продвижения изделий из технической керамики как на Российском, так и на зарубежных рынках;
- получить государственную поддержку для производителей технической керамики.

14. Проведены работы по монтажу и подключению к коммуникациям необходимого оборудования на экспериментальном участке.

Была установлена таль канатная грузоподъемностью 3,2 т. Таль успешно выдержала проверочные испытания и запущена в эксплуатацию.

За время выполнения работ третьего этапа соглашения № 14.5777.21.0009 от 05 июня 2014 г. на экспериментальном участке был выполнен ремонт отопления.

Была приобретена и ведется монтаж газовой печи TURBOVAGS TVA 70/1.

Смонтирована и подключена к электропитанию печь электрическая сопротивления с рабочей температурой 1400 °С.

Смонтирован и подключен к электропитанию станок плоско-шлифовальный с круглым столом.

15. Выполнено проектирование и изготовление технологической оснастки и приспособлений.

Оснастка для изготовления экспериментальных образцов, получаемых методом вибролитья была спроектирована и изготовлена на предприятии ООО «Экрсмаш».

Разработана чертежная документация на оснастку. Изготовлено 5 комплектов оснастки для изготовления экспериментальных образцов, получаемых методом вибролитья.

Разработка оснастки и приспособлений, необходимых для выполнения работ на экспериментальном участке была выполнена индивидуальным предпринимателем Зайцеву В.В. Разработана чертежная конструкторская документация на 2 литейных формы для изготовления изделий методом вибролитья и один съёмник. Изготовлены 2 литейных формы для изготовления изделий методом вибролитья и один съёмник для разборки литейной формы.

16. Проведены мероприятия по материально техническому обеспечению выполнения работ.

Со стороны Университета машиностроения в рамках мероприятий по материально-техническому обеспечению производилась оплата исследований, проектирование и изготовление приспособлений и оснасток, приобретение расходных материалов, выплачивалась заработная плата сотрудникам, участвовавшим в выполнении работ по проекту.

Сотрудниками ЗАО «НТЦ «Бакор» выполнены работы по монтажу и вводу в эксплуатацию технологического оборудования на экспериментальном участке вибролитья, выполнены работы по подводу коммуникаций.

В ходе работ по 3 этапу Соглашения сотрудникам, задействованным в создании и оснащении экспериментального участка для изготовления экспериментальных образцов методом вибролитья выплачивалась заработная плата

17. Выполнены работы по достижению показателей результативности проекта.

Исполнители работ по Соглашению о предоставлении субсидии от «05» июня 2014 г. № 14.577.21.0009 участвовали в конференции «Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и покрытий для авиационной и космической техники», проводимом 18 декабря 2015 года во Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов «ВИАМ».

Подготовленные материалы по конференции вошли в электронный сборник трудов конференции «Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и покрытий для авиационной и космической техники».

Исполнители работ по соглашению приняли участие в научно-практической конференции по итогам реализации в 2015 году прикладных научных исследований и экспериментальных разработок по приоритетным направлениям в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы» в рамках национальной выставки ВУЗПРОМЭКСПО-2015. Конференция проходила 2-4 декабря 2015 года в Москве. Руководитель исследований выступил на конференции с отчетным докладом по достигнутым результатам в рамках выполнения работ по соглашению № 14.577.21.0009.

Доля исследователей в возрасте до 39 лет в общей численности исследователей-участников проекта составила 58,3 %.

Средний возраст исследователей – участников проекта составил не более 39,9 лет.

На основании выше изложенного можно сказать, что исследовательские работы, запланированные на 3 этапе выполнены полностью, поставленные задачи решены в достаточном объеме, полученные результаты проведенных работ соответствуют Техническому заданию. Результаты проведенных исследований и испытаний на третьем этапе выполнения работ позволяют переходить к выполнению работ 4 этапа Соглашения.

Работы по разработке нормативно-технической документации, запланированные на третьем этапе выполнены в полном объеме.

Работы по приобретению контрольно- измерительного оборудования выполнены.

Работа выполнена в полном объеме в соответствии с утвержденным техническим заданием и планом-графиком соглашения № 14.577.21.0009 от 05 июня 2014 г. о предоставлении субсидии при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации. Дальнейшее продолжение работы считается целесообразным.