

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

Этап 2

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

В период выполнения 2-ого 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. Проведены дополнительные патентные исследования по ГОСТ 15.011-96.

Результаты исследования показали, что наиболее близким к заявляемому по техническому содержанию и достигаемому эффекту является способ получения конструкционной алюмооксидной керамики [Патент РФ № 2453517, С04В 35/11, 35/26, С01F 7/42, опубл. 20.06.2012, бюл. № 17], включающий изготовление алюминиевого сплава, съем с него стружки, обработку стружки водосодержащим реагентом, при теплоотводе из реакционного объема хладагентом, выделение из маточного раствора образовавшегося осадка, его промывку, сушку, термообработку на воздухе, приготовление из полученного продукта шихты, формование и спекание на воздухе отформованных заготовок. Однако материал, полученный в соответствии с данным способом в отличие от исследуемого, обладает небольшой термостойкостью в условиях множественных последовательных термосерий.

Как видно из проведенных патентных исследований объект исследования может быть свободно использован в данной России без опасности нарушения, действующих на ее территории патентов исключительного права, принадлежащих третьим лицам, т.к. единственный объект –аналог (патента на изобретение №2453517), который может быть противопоставлен объекту исследования, принадлежит исполнителю.

2. Выполнен поиск оптимальных условий термической дегидратации исходного гидроксида алюминия и получения наноструктурированного глинозема с требуемой дисперсностью и высокой удельной площадью поверхности.

Определен температурный диапазон, в котором необходимо проводить дегидратацию, для получения глинозема с требуемыми свойствами. Порошок, полученный из сплава Д16 методом химического диспергирования изучен более подробно, что способствует дальнейшему применению в качестве нанодисперсного технологического связующего.

В ходе исследований по получению наноструктурированного глинозема можно отметить, что:

- Выбран температурный диапазон для изучения температурного влияния на изменения структуры и свойств порошковых образцов;

- Была изучена морфология структур порошковых проб, синтезированных при разных температурах на растровом электронном микроскопе;
- Выявлен рентгенофазовый состав образцов, отличающийся аморфизацией при температурах 600 и 800 °С;
- Проведение термического анализа методом дифференциально-сканирующей калориметрии и термогравиметрии показали, что в процессе нагрева наблюдается изменение массы, что соответствует фазовым превращениям, изображенные на термограмме;
- Определена удельная поверхность порошковых проб, которая положительно сказывается для применения в качестве наноструктурированного глинозема.

3. Выполнен поиск оптимальных условий процесса механо-химической активации и диспергирования полученного нанодисперсного технологического связующего для получения требуемой дисперсности и морфологии частиц порошка.

В ходе выполнения работ по поиску оптимальных условий процесса механо-химической активации и диспергирования полученного нанодисперсного технологического связующего для получения требуемой дисперсности и морфологии частиц порошка:

- рассмотрены основы теории измельчения;
- выполнен обзор технологического оборудования, применяемого для проведения измельчения различных материалов;
- проведены исследования по подбору оптимальной скорости вращения барабана планетарной мельницы для обеспечения оптимального измельчения исследуемого глинозема;
- проведены исследования по подбору оптимального времени помола для обеспечения измельчения исследуемого глинозема;
- проведены исследования по подбору подходящего сырья, из синтезированных образцов, и режима измельчения для получения нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия.

В результате проведенных исследований подобран оптимальный режим измельчения синтезированного из гидроксида алюминия при температуре 400 °С глинозема.

4. Разработан лабораторный регламент изготовления нанодисперсного технологического связующего, включая методы контроля параметров процесса синтеза.

В первом полугодии 2015 года разработан Лабораторный технологический регламент на процесс получения порошка нанодисперсного технологического связующего.

Лабораторный технологический регламент включает в себя:

- сведения о полном наименовании получаемого продукта;
- сведения об основном назначении продукта и его потребительских свойствах;
- требования к упаковке, условиях безопасного применения, хранения и транспортировки;
- технологическую схему производства, которая включает:
 - общую схему технологического процесса,
 - схему производственного участка,
 - список основного оборудования;
 - список вспомогательного технологического оборудования и вспомогательных материалов;
 - сведения о технологическом процессе;

- материальный баланс;
- сведения о переработке и обезвреживании отходов производства;
- сведения о контроле производства;
- требования по безопасной эксплуатации производства;
- сведения об охране окружающей среды;
- перечень производственных инструкций, инструкций по охране труда, инструкций по пожарной и электробезопасности.

Лабораторный технологический регламент на процесс получения порошка нанодисперсного технологического связующего согласован с Индустриальным партнером ЗАО «НТЦ «Бакор» и утвержден в установленном порядке.

5. Разработаны программы и методика испытания экспериментальных партий нанодисперсного технологического связующего.

В процессе выполнения данного этапа была разработана программа испытания экспериментальной партии нанодисперсного технологического связующего. Программ испытаний приложена к отчету.

Разработанная программа испытаний экспериментальной партии нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия содержит сведения об объекте испытаний, цели испытаний, организациях, участвующих в испытаниях, перечне документов, предъявляемых на испытания, объеме испытаний, порядке приемки сдачи работ, средствах и порядке испытаний, методах испытаний.

Программа испытаний экспериментальной партии нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия согласована с индустриальным партнером и утверждена в установленном порядке.

6. Изготовлена экспериментальная партия нанодисперсного технологического связующего и проведены испытания в соответствии с разработанной программой и методиками испытаний.

Была изготовлена экспериментальная партия нанодисперсного технологического связующего № 1 в соответствии с разработанным лабораторным регламента на процесс получения порошка нанодисперсного технологического связующего. Акт изготовления экспериментальной партии от 16.06.2015 г. приложен к отчету.

Для проверки соответствия характеристик полученного нанодисперсного связующего требованиям, изложенным в Техническом задании Соглашения о предоставлении субсидии № 14.577.21.009 от 05.06.2014. и для проведения приемо-сдаточных работ по партии нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия были организованы испытания экспериментальной партии нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия.

Испытания проводились согласно разработанной программе проведения испытаний.

Экспериментальная нанодисперсного технологического связующего на основе оксида алюминия успешно выдержала испытания.

7. Выполнена закупка необходимого технологического оборудования для оснащения лабораторий и экспериментального участка.

В первом полугодии 2015 произведена закупка необходимого технологического оборудования для оснащения лабораторий и экспериментального участка вибрлитъя в ЗАО «НТЦ «Бакор».

Для отработки технологии вибролитъя крупногабаритный сложнопрофильных изделий в ФГБОУ ВПО «МГИУ» приобретен вибростенд. Подготовлены документы для закупки смесителей полусухих масс.

8. Выполнена закупка необходимого контрольно-измерительного оборудования для оснащения лабораторий и экспериментального участка.

В первом полугодии 2015 года проходило освоение контрольно-измерительного оборудования, закупленного ранее.

Подготовлен и освоен прибор для определения площади удельной поверхности и среднемассового размера дисперсных материалов ПСХ-10А.

Разработана, оформлена и утверждена в установленном порядке Методика «Измерения удельной поверхности и среднемассового размера частиц порошка» МИ 002ЦКП-05-2015.

Подготовлена и готовится на утверждение в установленном порядке методика выполнения сушки дисперсных материалов в сушильном шкафу.

Подготовлена и готовится на утверждение в установленном порядке методика осуществления дизагломирования и диспергирования (помола) на планетарной мельнице.

Подготовлена и готовится на утверждение в установленном порядке методика осуществления дизагломирования и диспергирования (помола) на шаровой мельнице.

Осваивается прибор для определения частоты и амплитуды вибрации – виброметр.

Готовится методика по определению частоты и амплитуды вибрации.

Введено в эксплуатацию ранее закупленное контрольно измерительное оборудование.

Собственными силами изготовлена установка для определения реалогических свойств дисперсных материалов.

Собственными силами изготовлена установка для определения пористости керамических материалов методом водонасыщения.

Осваивается прибор для определения параметров пор и порового пространства – жидкостный экструзионный порозиметр LEP-100А, США.

Разрабатываются методики измерения объема пор, распределения пор по объему, определения проницаемости пор.

9. Выполнено сопровождение создания экспериментального участка для изготовления экспериментальных образцов сложной конфигурации из корундовой керамики.

Сотрудниками ФГБОУ ВПО «МГИУ» оказана помощь ЗАО «НТЦ «БАКОР» в разработке технических заданий для приобретения технологического оборудования необходимого для оснащения лабораторий и экспериментального участка для изготовления экспериментальных образцов методом вибролитъя. Оказана консультационная помощь в разработке плана оснащения лабораторий и экспериментального участка для изготовления экспериментальных образцов методом вибролитъя технологическим и контрольно-измерительным оборудованием.

10. Подготовлены и проведены мероприятия по подготовке и обучению персонала индустриального партнера для работы на экспериментальном участке.

Силами сотрудников ФГБОУ ВПО «МГИУ» разработаны учебные программы и учебные планы «Управление качеством продукции» и «Проведение измерений площади удельной поверхности и среднемассового размера частиц на приборе ПСХ-10А».

Совместно с сотрудниками ЗАО «НТЦ «Бакор» был организован и проведен цикл учебных семинаров по теме «Управление качеством продукции» для сотрудников ЗАО «НТЦ «Бакор». Семинары завершились успешной аттестацией слушателей.

Совместно с сотрудниками ЗАО «НТЦ «Бакор» был организован и проведен цикл учебно-практических семинаров по теме «Проведение измерения площади удельной поверхности и среднемассового размера частиц на приборе ПСХ-10А» для сотрудников ЗАО «НТЦ «Бакор». Семинары завершились успешной аттестацией слушателей.

11. Проведены мероприятия по материально техническому обеспечению выполнения работ (от ФГБОУ ВПО «МИГУ» и ЗАО «НТЦ «Бакор»).

Со стороны ФГБОУ ВПО «МГИУ» в рамках мероприятий по материально-техническому обеспечению приобретен лабораторный вибростенд для отработки технологии получения керамических изделий сложной конфигурации методом вибролитья.

Со стороны ЗАО «НТЦ «БАКОР» в рамках мероприятий по материально-техническое обеспечение выполнения работ были:

- разработан план оснащения лабораторий и экспериментального участка для изготовления экспериментальных образцов методом вибролитья технологическим и контрольно-измерительным оборудованием;

- была выполнена проектная привязка имеющегося и вновь приобретаемого технологического оборудования, приспособлений, сборочных столов, ступеней, кондукторов, многоярусных стеллажей для складирования готовых изделий, литейных форм, модельной оснастки;

- приобретено необходимое технологическое оборудование.

Все работы выполнены собственными силами, без привлечения подрядных организаций.

12. Выполнены работы по достижению показателей результативности проекта.

В рамках выполнения работ по достижению показателей результативности опубликовано три статьи. Одна статья в журнале «Новые огнеупоры» Россия и две статья в журнале Refractories and Industrial Ceramics Германия.

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.