

**Резюме проекта, выполняемого
в рамках ФЦП
«Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-
технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»**

Номер Соглашения о предоставлении субсидии: № 14.607.21.0204 от 29 ноября 2018 г.

Номер соглашения электронного бюджета: №075-02-2018-262

Тема: Разработка опытно-промышленной технологии производства полимерных связующих с повышенной термоокислительной стабильностью для полимерных и углерод-углеродных композиционных материалов, эксплуатируемых при температурах выше 350°C.

Приоритетное направление: Транспортные и космические системы.

Критическая технология: Технологии получения и обработки конструкционных наноматериалов

Период выполнения: с 31 мая 2018 г. по 31 декабря 2020 г.

Индустриальный партнер: Акционерное общество научно-производственное объединение «УНИХИМТЕК».

Ключевые слова: высокотермостойкие полимерные композиционные материалы, углерод-углеродные композиционные материалы, авиакосмическая техника, двигателестроение, препреги, фталонитрильные связующие, высоконагруженные конструкции, высокотемпературные защитные покрытия, термоокислительная стабильность, технология производства

1. Цель проекта

Разработка опытно-промышленной технологии и создание пилотного производства новых конкурентоспособных на мировом уровне полимерных связующих с повышенной термоокислительной стабильностью и технологичностью для полимерных и углерод-углеродных композиционных материалов, позволяющих эксплуатировать композитные изделия продолжительное время при температурах выше 350°C. Создание научного и технологического задела для перехода предприятий авиакосмической и двигателестроительной отраслей на новые полимерные композиционные материалы с экстремально высокими температурами эксплуатации.

2. Основные результаты проекта

В результате выполненных в 2018-2019 г.г. работ на созданных химических установках производительностью 600 кг/год и 15 т/год проведено постепенное масштабирование технологии синтеза фталонитрильных мономеров и получения связующих в объемах от 30 до 250 л. Увеличение объемов потребовало доработки составов связующих, обработки процесса смешения и температурного режима синтеза мономеров, а также применения других подходов к процессам выделения и очистки мономеров с целью минимизации образующихся отходов, применения менее опасного растворителя и введение процесса его рекуперации. Примененные при разработке технические решения обеспечили достаточную технологичность и экологичность опытно-промышленной технологии, что позволило сформулировать основные требования и определить исходные данные по составу оборудования, инженерно-техническому и ресурсному обеспечению для проектирования промышленного производства связующих производительностью до 50 т/год. В обеспечение промышленного производства разработаны проекты технологической документации в составе технологического производственного регламента и технических условий на фталонитрильные связующие. Показана возможность переработки фталонитрильных связующих через изготовление препрегов и разработана лабораторная технология их получения на основе углеродных наполнителей с высоким качеством нанесения связующего и широким диапазоном по поверхностной плотности от 100 до 600 г/м². Определены условия формования и отработаны методики изготовления полимерных композиционных матери-

алов (ПКМ) на основе фталонитрильных связующих и препрегов методами вакуумной инфузии и прессования препрегов. Испытания экспериментальных образцов ПКМ показали соответствие их характеристик установленным требованиям по прочностным свойствам при температуре 22°C при растяжении более 600 МПа, сжатию более 450 МПа, при межслоевом сдвиге более 30 МПа с сохранением не менее 75% прочности при температуре 350°C, что подтверждает возможность создания на основе разработанных связующих композиционных материалов с высокой температурой эксплуатации.

В 2020 году отработано направление создания на основе разработанных фталонитрильных связующих новых углерод-углеродных композиционных материалов (УУКМ) с температурой эксплуатации более 600°C. Благодаря применению в составе связующих синтезированных в рамках проекта модифицированных фенол-формальдегидных смол с фталонитрильными заместителями, обеспечивших в результате карбонизации высокий углеродный остаток, а также специальному ступенчатому режиму карбонизации разработана более эффективная технология получения УУКМ с существенным снижением трудоемкости и сокращением времени изготовления в 3 раза за счет исключения стадий многократной пропитки для обеспечения высокой плотности материала. Полученные экспериментальные образцы УУКМ отвечают требованиям по высокой теплостойкости, высокому уровню прочностных и трибологических параметров. Проведены исследования и разработаны эффективные высокотермостойкие защитные покрытия для ПКМ на основе впервые синтезированных фторсодержащих олигомерных фталонитрильных соединений и аминных отвердителей, обеспечивающие повышение сроков эксплуатации ПКМ и сохранение не менее 80% их механических свойств в условиях повышенных температур до 350°C. Отработаны технологии нанесения защитных покрытий и проведены испытания экспериментальных образцов ПКМ с покрытиями, подтверждающие соответствие их установленным требованиям по теплостойкости и адгезионным характеристикам. Отработана опытно-промышленная технология получения фталонитрильных связующих на опытно-промышленной установке производительностью 15 тонн/год. В обеспечение качества конечных продуктов и повышения производительности процесса изготовления уточнены требования к исходному сырью и промежуточным продуктам, оптимизированы технологии синтеза мономеров с сокращением времени синтеза на 20%, промышленных стоков в 2 раза и повышением выхода продуктов до 98% и чистоты не менее 95%. Показана высокая воспроизводимость свойств получаемых фталонитрильных связующих и по результатам испытаний опытных партий подтверждено обеспечение требуемого качества связующих, получаемых по разработанной технологии.

Проведенные работы позволили создать высокопроизводительную эффективную опытно-промышленную технологию изготовления не имеющих аналогов высокотемпературных фталонитрильных связующих, а также технологии изготовления теплостойких ПКМ и УКМ на их основе, в обеспечение промышленного производства перспективных высокотермостойких материалов и изделий.

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

Изобретение, патент № 2712547 от 29 декабря 2018 г. «Реактивный разбавитель фталонитрильных смол и термоотверждаемая композиция на его основе», РФ

Изобретение, заявка № 2019145185 от 30 декабря 2019 г. «Трифункциональный фталонитрильный мономер, способ его получения и композиция связующего на его основе», РФ.

Изобретение, заявка № 2019145188 от 30 декабря 2019 г. «Безрастворный способ получения фталонитрильного препрега и полимерный композиционный материал на его основе», РФ.

Изобретение, заявка № 2020124815 от 27 июля 2020 г. «Способ получения углерод-углеродных композиционных материалов из углепластиков с фталонитрильными матрицами», РФ.

Изобретение, заявка № 2020129690 от 9 сентября 2020 г. «Защитное покрытие на основе фторсодержащих фталонитрильных олигомеров для полимерных композиционных материалов», РФ.

4. Назначение и область применения результатов проекта

Результат проекта будет востребован в авиационном двигателестроении (лопатки компрессора и турбины газотурбинного двигателя), космической и оборонной отраслях (элементы ракет, бронирование техники), судостроении (переборки подводных лодок), авиастроении в части композиционных деталей самолетов и вертолетов, расположенных в непосредственной близости от двигателей, а также требующих обладания свойством негорючести. Другими заказчиками высокотемпературных композитов, в том числе углерод-углеродных, помимо уже упомянутых отраслей, могут быть представители транспортной, энергетической (трубы и элементы теплообменников, узлы высокотемпературных реакторов), электронной (термостойкие подложки электронных схем) и электрической индустрий (детали токопроводящих устройств), металлургии (элементы высокотемпературных и электропечей).

В результате выполнения проекта будут созданы новые композиционные материалы, обеспечивающие расширение возможностей по их применению для изготовления изделий, работающих в условиях повышенных температур и нагрузок, где было возможно применение только металлов и керамики, и разработаны производственные технологии их получения, в частности, передовая усовершенствованная технология получения углерод-углеродных материалов.

Продукты проекта имеют существенную значимость для развития российской авиакосмической и оборонной промышленности. Разрабатываемые технологии обеспечат возможность создания композитных элементов конструкций авиакосмической техники, эксплуатируемой при температурах выше 300 °С, что позволит снизить вес, и как следствие, увеличить величину выводимой полезной нагрузки при снижении массы конструкций космических аппаратов. Кроме того, уникальные свойства материалов, планируемых к применению, позволят существенно увеличить срок работы композитных конструкций, функционирующих в экстремальных условиях эксплуатации.

5. Эффекты от внедрения результатов проекта

Создаваемая опытно-промышленная технология позволит обеспечить отечественными высококачественными материалами, превосходящими по техническим характеристикам зарубежные аналоги, предприятия авиастроения (предприятия ОАК), двигателестроения, ракетно-космической отрасли и других высокотехнологичных отраслей промышленности. Это позволит повысить конкурентоспособность отечественной техники на мировом рынке. Общий объем налоговых поступлений в бюджет РФ в стадии коммерциализации результатов проекта, организации и запуска производства за период 2021-2022 г.г. прогнозируется порядка 27 млн. руб.

6. Формы и объемы коммерциализации результатов проекта

Основным потребителем ожидаемых результатов является АО «НПО «УНИХИМ-ТЕК» - индустриальный партнер по проекту. Результаты будут использованы при создании производства высокотемпературных фталонитрильных связующих и препрегов на их основе, а также изделий из высокотемпературных полимерных и углерод-углеродных композиционных материалов.

Прогноз до 2021 года показывает, что совокупный годовой прирост рынка высокотемпературных композитов будет составлять около 8%. Главными факторами роста станут как спрос на легкие и высокопрочные материалы в различных отраслях, так и высокие требования безопасности для транспортных средств. Рынок высокотемпературных композиционных материалов быстро растет в стоимостном выражении. По предварительным оценкам себестоимость производства полимерных материалов для высокотемпературных ПКМ составляет около 100-150 долл./кг. Уровень стоимости аналогичных материалов за-

рубежного производства составляет 500-2000 долл./кг. В мире подобные материалы являются материалами двойного применения, в связи с чем их экспорт/импорт ограничен.

Планируемые объемы продаж к 2025 году составляют до 30 тонн материала с выручкой не менее 600 млн. руб., что будет составлять порядка 1% от мирового рынка высокотемпературных полимерных связующих.

Потенциальными потребителями продуктов по проекту являются: ОАО «РКК Энергия», АО «ОДК-Авиадвигатель», ОАО «Климов», АО «РТ-Химкомпозит», АО «ИСС им. Решетнёва», ПАО «Корпорация Иркут», ФГУП «НПО им. С.А. Лавочкина», ОАО «ЦНИИСМ», Safran Group, ПАО «ОДК-Сатурн», ПАО «ВАСО», ФГУП «ЦИАМ».

7. Наличие соисполнителей

В качестве соисполнителей работ по проекту привлекались АНО «ЦИСИС ФМТ», Новомосковский институт (филиал) РХТУ имени Д.И. Менделеева, Сколковский институт науки и технологий.