

**Резюме проекта, выполняемого
в рамках ФЦП
«Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-
технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»
по этапу № 1**

Номер Соглашения о предоставлении субсидии: 14.583.21.0056

Тема: «Исследования клеевых материалов, стойких к циклическому воздействию высоких и низких температур и пламени и технологии отверждения при комнатной температуре»

Приоритетное направление: Индустрия наносистем (ИН)

Критическая технология: Технологии получения и обработки функциональных наноматериалов

Период выполнения: 28.07.2016 - 31.12.2018

Плановое финансирование проекта: 39.00 млн. руб.

Бюджетные средства 19.50 млн. руб.,

Внебюджетные средства 19.50 млн. руб.

Получатель: федеральное государственное образовательное учреждение высшего образования "Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева"

Иностранный партнер: Цзилиньский Университет

Ключевые слова: клей, адгезив, связующее, композиционный материал, эпоксидные смолы, фосфазены, арилоксифосфазены, эпоксифосфазены, разветвленные полимеры, термостойкость, негорючность, огнестойкость, прочность, стойкость, отверждение, реокинетика, реология

1. Цель проекта

Разработка способа синтеза и технологии производства новых эпоксифосфазенных олигомеров, используемых в качестве компонента связующего для создания композиционных материалов нового поколения. К числу таких композиционных материалов относятся клеевые материалы, армированные пластики, покрытия и др. Разрабатываемые материалы характеризующихся комплексом улучшенных характеристик, в том числе повышенной тепло-, термо- и криостойкостью, прочностью, химической стойкостью и пониженной горючестью. Такие качества позволят новым материалам функционировать в экстремальных условиях при циклически повторяющихся импульсных агрессивных воздействиях пониженных и повышенных температур и пламени.

2. Основные результаты проекта

Проведены исследования по разработке и изготовлению экспериментальных образцов фосфазенсодержащего эпоксидного олигомера. Фосфазенсодержащие эпоксидные олигомеры получены одностадийным и двустадийным методом в среде эпихлоргидрина в присутствии твердой щелочи взаимодействием гексахлорциклогексофосфазена и избытка дифенилолпропана или гидроксиарилоксифосфазенов соответственно. Разработанный метод отличается простотой исполнения и хорошими характеристиками продукта, представляющего по сути органический эпоксид типа ЭД-20, модифицированный его фосфазенным аналогом, максимальное содержание которого может превышать 50%. Химическое строение продукта подтверждено с использованием методов ядерного магнитного резонанса и лазерной масс-спектрометрии. Полученный олигомер сохраняет все основные свойства обычных эпоксидных смол – растворяется в большинстве органических растворителей и отверждается обычными отвердителями с образованием композиций с повышенной ударной стойкостью из-за наличия в узлах сетки фосфазенных циклов. Отвержденные изометилтетрагидрофталевым ангидридом фосфазенсодержащие эпоксидные олигомеры имеют кислородный индекс 26–28 и являются самозатухающими. Разработан лабораторный технологический регламент получения фосфазенсодержащих эпоксидных олигомеров, изготовлена их экспериментальная партия.

1) Разработанный на данном этапе эпоксифосфазенсодержащий эпоксидный олигомер содержит до 50% фосфазенного компонента, который, в свою очередь содержит до 6% фосфора. Продукт в любых соотношениях совмещается с промышленными эпоксидными смолами, имеет сравнимую с ними вязкость и может быть переработан стандартными методами.

- 2) Научная новизна полученных результатов заключается в новом однореакторном способе получения диановых фосфазенсодержащих эпоксидных олигомеров с содержанием фосфазенового компонента свыше 50%, в том числе с пониженным содержанием хлора. Данный способ технологически оптимизирован, используются доступные промышленные реагенты и может быть осуществлен на стандартной технологической линии для производства эпоксидных смол с минимальной модификаций. Также указанным способом впервые синтезированы эпоксифосфаэзы со спиро-фрагментами при атоме фосфора.
- 3) Характеристики полученных эпоксифосфазеновых олигомеров соответствуют требованиям технического задания. Предварительные испытания фосфазенсодержащих эпоксидных олигомеров в качестве заливочных компаундов, диэлектрических покрытий, связующих для наполненных пластиков и kleev показали, что при сохранении всех необходимых для указанных сфер применения свойств, синтезированные олигомеры обеспечивают повышенную огнестойкость, теплостойкость и прочность изделий на их основе. Возможно получение эпоксифосфазеновых олигомеров с пониженным содержанием хлора – безопасных активных антиприренов.
- 4) В подавляющем большинстве работ мирового уровня, посвященным фосфазенсодержащим эпоксидным смолам, фосфазеновый компонент рассматривается лишь в качестве добавки-антиприrena, в способы их синтеза возможны исключительно в лабораторных масштабах. Исполнителями проекта предложен технологичный способ синтеза фосфазенсодержащих эпоксидных смол, в которых фосфазен – основной компонент, а не модификатор. Показано, что композиции на основе синтезированных эпоксифосфазенсодержащих смол характеризуются не только пониженной горючестью, но и комплексно повышают физико-механические свойства.

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

Подана заявка №2016151252 от 26.12.2016, патент на изобретение "ФОСФАЗЕНСОДЕРЖАЩАЯ ЭПОКСИДНАЯ СМОЛА И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ"

4. Назначение и область применения результатов проекта

Разрабатываемое на данном этапе эпоксидное связующее ориентировано в первую очередь на высокотехнологичные отрасли, такие как авиакосмическая промышленность и автомобилестроение, в которых оно используется в качестве матрицы композиционных материалов, в частности углепластиков (карбонов) и стеклопластиков или клеящего материала. В настоящее время разработанный эпоксидный олигомер проходит испытания в качестве компонента теплостойких негорючих изделий авиакосмического назначения на таких предприятиях как ЗАО "ЦНИИСМ", ФГУП "ВИАМ", АО "АВАНГАРД", а также на ряде предприятий КНР. Успешная реализация проекта позволит существенно расширить области применения композиционных материалов во всех отраслях деятельности человека благодаря недостижимому ранее комплексу улучшенных характеристик. Примерами применения результатов проекта в экстремальных условиях могут являться композиты для изготовления арктической техники (криостойкость), для освоения ресурсов океана (стойкость к перепадам температур и давления), в авиакосмической технике (стойкость к перепадам температур, радиации и циклическим нагрузкам).

5. Эффекты от внедрения результатов проекта

Экономический эффект от реализации проекта заключается в расширении возможностей применения полимерных композиционных материалов и связующих для них за счет того, что модифицированные функциональными фосфазенами связующие обладают комплексом повышенных характеристик (теплостойкость, термостойкость, механические свойства, пониженная горючесть без использования галогенов), и открывают новые пути для их применения, что приведет к расширению рынка композитов. Социально-значимый эффект заключается в повышении безопасности современной техники для человека, поскольку разрабатываемые материалы характеризуются пониженной горючестью, обусловленной использованием соединений фосфора, не выделяющих при горении токсичных веществ.

6. Формы и объемы коммерциализации результатов проекта

Коммерциализация результатов проекта может осуществляться посредством непосредственной продажи эпоксифосфазенов как в чистом виде для последующего формулирования композиций, так и в виде готовой к использованию продукции, например в состав двухкомпонентных kleev. Стоит отметить, что разработанная технология позволяет синтезировать эпоксифосфазенсодержащие олигомеры с минимальной модификацией существующего производства обычных эпоксидных смол.

7. Наличие соисполнителей

На 1 этапе выполнения работ привлекались 2 соисполнителя:

ООО "НПО ПроТех" для выполнения работ по Разработке проекта технологического регламента получения фосфазенсодержащих эпоксидных связующих по договору № 02-09/16 от 15.09.2016, сумма 360 000 рублей, акт № 28 от 11.10.2016
ООО "Инженерные технологии Алтымир" для изготовления экспериментальных образцов фосфазенсодержащего связующего по договору № 30 НР/16 от 15.09.2016 г., сумма 508 000 рублей, акт № 8 от 17.10.2016

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева"

И.О. ректора

(должность)



руководитель работ по проекту

профессор

(должность)

(подпись)

Юртов Е.В.

(фамилия, имя, отчество)

(подпись)

Киреев В.В.

(фамилия, имя, отчество)