

ОПЫТ ТОМСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИВЕРСИТЕТА В ОБЛАСТИ РАЗРАБОТКИ И ВНЕДРЕНИЯ СУБМИКРОННЫХ И НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ В АСПЕКТЕ РАЗВИТИЯ ИННОВАЦИОННОЙ СИСТЕМЫ ВЫСШЕГО УЧЕБНОГО ЗАВЕДЕНИЯ

Ю.А. Бирюков, И.В. Ивонин, А.Н. Ищенко, А.М. Лымарь

В статье приводятся основные результаты инновационной деятельности ученых Томского государственного университета (ТГУ) в области порошковых технологий и опыт создания инфраструктуры для производства новых материалов.

Университет является родоначальником нескольких научных школ в области материаловедения и признанным действующим центром в этом направлении. Сотрудники ТГУ более десяти лет успешно создают новые технологии получения нано- и субмикронных порошков и непосредственно участвуют в процессе реализации результатов исследований.

Теоретические и экспериментальные исследования, осуществленные в Томском государственном университете с начала 70-х гг. прошлого века под научным руководством известного ученого, профессора В.А. Шваба привели к формированию получившего признание в стране и за рубежом нового научно-технического направления «Аэромеханика высококонцентрированных гетерогенных потоков», основанного на взаимодействии газовых струй с порошкообразным материалом в процессе циркуляции гетерогенных потоков в рабочем объеме.

Начальный этап развития исследований был связан с процессами получения и переработки порошков — измельчения, фракционирования, смешивания, сушки, пневмотранспортирования, пылеотделения — в области частиц размером более 10 мкм, что было обусловлено потребностями отечественной промышленности в тот период. Промышленное внедрение результатов исследований активно началось в 80-х гг. в ряде ведущих научных учреждений и на производственных предприятиях страны. Наиболее значительными из них являются следующие.

1. *В химической промышленности:* НПО «Пластополимер» (г. Ленинград) — в технологии усреднения и смешивания порошковых полимерных материалов, ПО «Азот» (г. Щекино Тульской области) — в технологии переработки ионообменных порошковых материалов для мембранных фильтров, ВНИИ синтетических смол (г. Владимир) — в технологии получения открытопористых полимерных материалов.

2. *В фармацевтической промышленности:* ПО «Органика» (г. Новокузнецк) — в технологии получения высокоэффективных лекарственных форм, ПО «Томский химико-фармацевтический завод» — в технологии получения лекарственных препаратов на основе растительного сырья.

3. *В области получения и применения керамических материалов:* ПО «Алунд» (г. Донской Тульской области) — в технологии производства высокопрочных изделий из оксида алюминия для электронных компонентов спецтехники, СКТБ ИФПМ (г. Киев) — применительно к производству бронезащитных элементов на основе карбида бора, Сибирский химкомбинат (г. Северск) — в технологии обогащения и переработки радиоактивных материалов и в плазмохимическом производстве ультрадисперсных оксидных порошков.

Переход к рыночной экономике в начале 90-х гг. XX в. поставил вопрос о практической реализации научно-технических разработок на другой уровень. Прикладные разработки стали во многих случаях основным средством сохранения научного потенциала исследовательских организаций, в том числе в области фундаментальных наук.

Для коммерциализации разработок в Томском государственном университете был организован инновационно-технологический научно-образовательный центр (ИТНОЦ ТГУ). Одновременно был создан и ряд малых предприятий (ООО «НПО «Мипор», ООО «Пневмосервис»), на базе которых в дальнейшем происходило внедрение новой научно-технической продукции.

Достигнутые результаты показали правильность выбранного направления. В настоящее время научно-образовательные центры и другие подобные структуры становятся основой инновационной системы научных и образовательных организаций России. ИТНОЦ ТГУ как структурное подразделение Томского госуниверситета ежегодно выполняет НИОКР в объеме до 1,5 млн руб. в год.

К этому времени многолетние исследования ученых университета позволили разработать типоразмерный ряд комплексных пневмоциркуляционных установок (рис. 1) с возможностью эффективного выполнения основных технологических операций – измельчения, классификации, высококачественного смешивания, конвективной сушки, гранулирования и др. Разработанные установки были успешно апробированы в технологии получения и переработки субмикронных и наноразмерных порошков широкого класса материалов.

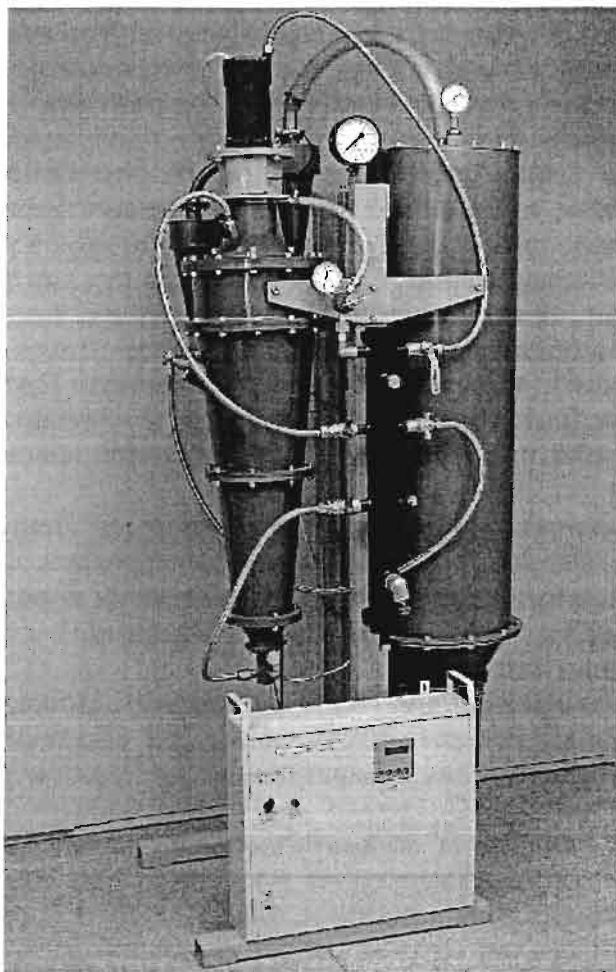


Рис. 1. Пневмоциркуляционная установка К-05

Установки были внедрены на более чем 30 предприятиях, в научных организациях России и за рубежом. В табл. 1 приведены технические характеристики разработанных и внедренных в производство аппаратов. Разработанные аппараты и технологические линии имеют оригинальную конструкцию, оборудование по ряду параметров превосходит зарубежное.

Уникальные характеристики созданных установок нашли подтверждение при переработке требующих особого подхода лекарственных субстанций. Были решены следующие сложные

Промышленная реализация технологий и оборудования

Тип установки	Технологический процесс	Получаемые фракции, мкм	Место внедрения
ПЦА-3	Измельчение и классификация карбида кремния и кремния	$\delta_{97} = 0,7$ $0,5 < \delta_{97} < 1,5$ $1 < \delta_{97} < 5$ и т. д.	ООО «НПК «Полином»», г. С.-Петербург
Комби-80	Измельчение и классификация азалаптина	$\delta_{97} < 160$	ООО «Органика», г. Новокузнецк
	Сушка и фракционирование аминоксида	$\delta_{97} < 30$	То же
	Измельчение и классификация аспирина	$\delta_{97} < 200$	- " -
	Сушка и фракционирование пентоксифиллина	$\delta_{97} < 2$	- " -
Комби-90	Измельчение и классификация циннаризина	$\delta_{97} < 15$	- " -
	Измельчение и классификация салбутамола	$\delta_{97} < 5$	ЗАО «Алтайвитамины», г. Бийск
	Измельчение, классификация и смешивание салбутамола с бензоатом натрия	$\delta_{97} < 5$	«БФ ВНИВИ», г. Белгород
	Измельчение и классификация йодантипирина, мезапама, лактозы	$\delta_{97} < 5$	ПО «Химфармзавод», г. Анжеро-Судженск
	Измельчение и классификация оксидов и карбидов	$\delta_{97} < 5$	Центр порошковой металлургии, г. Хайдарабад (Индия)
	Измельчение и классификация порошков из растительного сырья (термопсис, аир, крушина и др.)	$\delta_{97} < 30$	«ICN Tomsk Chem Pharm», г. Томск
ПЦА-36М	Измельчение и фракционирование оксида алюминия и карбида кремния	$\delta_{97} = 0,5$ $0,3 < \delta_{97} < 1$ и т.д. $1 < \delta_{97} < 5$ и т.д.	«НЦ порошкового материаловедения», г. Пермь
Комби-98	Измельчение, классификация, сушка и гранулирование	$\delta_{97} < 15$	«ICN Tomsk Chem Pharm», г. Томск
К-05	Измельчение в субмикронном, классификация в наноразмерном диапазонах диоксида циркония, оксида алюминия	$\delta_{97} = 0,3$ $0,2 < \delta_{97} < 0,5$ $0,5 < \delta_{97} < 1$	Сибирский химкомбинат, г. Северск

задачи: сушка склонных к термодеструкции материалов (аминоамид, пентоксифеллин и др.), получение высококачественных смесей (коэффициент неоднородности менее 3 %), гранулирование. Пневмоциркуляционные аппараты соответствуют требованиям GMP.

Авторский коллектив разработал и поставил на фармацевтические предприятия Томска, Анжеро-Судженска, Белгорода, Бийска и Новокузнецка ряд технологических линий, на

которых в настоящее время выпускаются следующие лекарственные препараты: азалептин ($\delta_{97} = 160$ мкм), циннаризин ($\delta_{97} = 15$ мкм), нозепам ($\delta_{97} = 15$ мкм), аспирин ($\delta_{97} = 200$ мкм), сальбутамол ($\delta_{97} = 5$ мкм), а также мезапам, йодантипирин, бензонал и др. С использованием специальной технологии производится переработка биологически активных веществ растительного происхождения (термопсиса, аира, крушины).

Участие в программах Минобрнауки России позволило разработать новые методы получения и переработки порошков, разработать и изготовить экспериментальные образцы нового оборудования, провести теоретические и экспериментальные исследования. В результате появилась возможность не только создавать, но и реализовывать наукоемкую продукцию, что обеспечило успешное участие коллектива в конкурсах Минпромнауки России, РФТР, РФФИ, Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере, зарубежных фондов.

Внедрение прикладных разработок проводилось в рамках выполнения проектов по различным научно-техническим программам и конкурсам, в том числе:

1) ФЦП «Интеграция», центр фундаментальных исследований и элитарного образования «Аэромеханика и физика горения гетерогенных сред», 2001 г.;

2) конкурсы министерства промышленности, науки и технологий и РФТР «Наука – технология – производство – рынок», 2000 и 2002 гг. (3 проекта);

3) конкурсы Минобрнауки России по программам «Развитие научного потенциала высшей школы», «Университеты России», ФЦНП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники», 1998–2004 гг. (7 проектов);

4) конкурсы Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере, 1998–2006 гг. (4 проекта);

5) всероссийские и региональные инновационные программы (5 проектов).

Активизация исследовательской и конструкторской деятельности ученых и специалистов университета в этой сфере сопровождалась поиском различных механизмов ускорения реализации технических разработок и совершенствования на этой базе инновационной системы высшего учебного заведения. Наряду с созданием инфраструктуры, нацеленной на коммерциализацию технологий, были предприняты шаги по налаживанию контактов с российскими и зарубежными партнерами с целью проведения совместных исследований, расширения экспорта установок и готовой продукции, развития процессов инвестирования. Особенно плодотворными были деловые встречи и переговоры, осуществленные в рамках участия университета в мероприятии «Развитие национальной и международной информационно-выставочной деятельности» федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники на 2002–2006 годы».

За последние годы разработки ТГУ представлялись и получили высокие оценки на Салонах изобретений (Брюссель, 1999 г. – золотая медаль, Женева, 2007 г. – золотая медаль, Московский международный салон инноваций и инвестиций – неоднократно отмечены высшими наградами), на крупных российских инновационных выставках в Китае, Германии, Италии, Сербии, Словакии и др.

Во время участия Томского государственного университета во второй российско-итальянской конференции по научно-техническому и инновационному сотрудничеству и в презентации российских разработок, прошедших в г. Падуя 16–17 февраля 2006 г., заключено соглашение о научно-техническом и деловом сотрудничестве университета и НПО «Мипор» с итальянской инновационной фирмой «Elchrom» университета округа Calabria и инновационной фирмой «Zhermack» (Badia Palestine, Rovigo). Предметом соглашения стал выпуск фирмой «Мипор» порошковой продукции субмикронного и наноразмерного диапазонов из неорганических и минеральных материалов для передачи итальянской стороне и производства в Италии новых конструкционных и декоративных материалов, а также исходных компонентов для стоматологических целей.

Таким высоким результатам во многом способствовали сложившиеся в течение нескольких лет системные связи и творческое содружество ТГУ с ФГУ НИИ РИНКЦЭ, участвующим в осуществлении мероприятий упомянутой федеральной целевой программы и представлении инновационных разработок на российских и зарубежных научно-технических выставках. Это позволило поднять на новый уровень маркетинговые исследования и расширить рынки сбыта продукции, и, что особенно важно, совместно со специалистами института усовершенствовать технологические процессы работы установок, учитывающие особенности использования оборудования и применения порошков в различных условиях эксплуатации.

В ходе совместных работ были предложены режимы и программы испытаний опытных образцов и партий установок для производства порошковых материалов, улучшающие методику оценки процессов взаимодействия газовых струй с дисперсными средами, и конструктивные изменения в узлы, обеспечивающие процесс рециркуляции газовых потоков, что в итоге дало возможность повысить качество шлифовальных нанопорошков для подшипниковых заводов.

Важнейшим элементом инновационной системы ТГУ является научно-техническое и деловое сотрудничество с малыми предприятиями, в ряду которых ведущее место занимает ООО «Научно-производственное общество "Мипор"» (г. Томск). В рамках реализации инновационных проектов, основанных на разработках ТГУ, была предложена технология производства нормированных абразивных микропорошков, внедренная на этом предприятии. В результате с 1998 г. выпускаются и поставляются на подшипниковые предприятия России партии абразивных порошков Al_2O_3 с узким фракционным составом (рис. 2).

Выпускаемые ООО «НПО "Мипор"» абразивные субмикронные и микропорошки успешно применяются в подшипниковой промышленности (ОАО «Томский подшипник»; ОАО



Рис. 2. Готовая к отправке партия абразивных порошков М 0,5 (размер частиц 500 нм)

«Завод авиационных подшипников» (г. Самара); ЗАО «Курская подшипниковая компания» и др.). При этом на сегодняшний день средний размер поставляемых абразивных порошков достиг уровня 0,2 мкм или 200 нм. Порошки с таким гранулометрическим составом в промышленном масштабе выпускаются впервые. Производство абразивных субмикронных и микропорошков оксида алюминия и замена ими окиси хрома в процессах финишной обработки изделий точного машиностроения решило не только серьезную экологическую проблему, связанную с утилизацией токсичной окиси хрома, но повысило на класс качество поверхности и сократило время обработки.

В дальнейшем специалисты ТГУ и малого предприятия ООО «НПО «Мипор»» совместно отработали технологию синтеза порошков с высоким содержанием азота для легирования сталей. Выпущены партии порошковых высокоазотистых легирующих материалов на основе нитрида кремния с содержанием азота до 30 %, реализованные и поставленные на предприятия ОАО «Магнитогорский металлургический комбинат», «Магнитогорский метизно-металлургический завод», «Западно-Сибирский металлургический комбинат» (г. Новокузнецк) и другие предприятия. Эти материалы получили высокую оценку потребителей. С 2002 г. осуществляется поставка опытно-промышленных партий легирующих материалов различным заказчикам, в том числе и зарубежным (ПЮ «Specodlew», Польша).

Всего по внедренным на НПО «Мипор» технологиям произведено и поставлено на предприятия промышленности России более 400 т порошковой продукции на общую сумму более 80 млн руб.

Авторы также принимали участие в разработке технологий и создании производства на других малых предприятиях г. Томска. В частности, по технологии ТГУ на предприятиях ООО «Пневмосервис» изготовлены партии наполнителей из минерального сырья и отходов строительных материалов (мрамор, гранит, кирпичная крошка и т. д.). Наполнители использованы при выпуске декоративного материала «Миколер», мастики «Кровлелит», водно-дисперсионных фасадных и интерьерных красок «Спав», битумной эмульсионной мастики на твердых эмульгаторах. Физико-механические и реологические характеристики строительных материалов на основе микродисперсных наполнителей соответствуют лучшим мировым аналогам.

Продолжающиеся исследования в области аэромеханики дисперсных потоков приобрели еще большую актуальность в наступающую эру нанотехнологий и наноматериалов. Ведь одной из основных проблем развития новых технологий в этой области является отсутствие надежных и высокопроизводительных способов получения порошков различных материалов с нанометровыми размерами частиц. В настоящее время ни один из существующих методов не позволяет получать в массовом количестве порошки такого класса.

Практически все известные методы также характеризуются широким разбросом частиц получаемых порошков по размерам. Так, созданные плазмохимическим способом порошки диоксида циркония имеют разброс размеров частиц от 100 до 10 000 нм, что не позволяет получать из них качественные композиционные материалы. Низкой селективностью процесса, т. е. очень широким разбросом частиц по размеру, характеризуются и порошки, полученные методом электрического взрыва проводников. Во многих технологиях получения порошков (например, конденсационных) частицы на конечных стадиях процессов в результате когезии находятся в виде прочных агломератов, которые могут быть разрушены только путем механического диспергирования.

Реализация исследуемых в ТГУ газодинамических процессов получения и переработки порошков с рециркуляцией двухфазных потоков обеспечит меньшую удельную энергоемкость и большую производительность процесса производства материалов в наномасштабной и субмикронной области размеров частиц, чем известными механическими и пневматическими способами.

В последние годы проведен большой комплекс испытаний и опытных работ по производству, в том числе в опытно-промышленных масштабах, нано- и субмикронных порошков

различного назначения. Получены фракционированные порошки с удельной поверхностью до $60 \text{ м}^2/\text{г}$, что соответствует характерному размеру частиц 20–30 нм.

Экспериментальные исследования показали возможность разделения на узкие по дисперсному составу фракции даже сверхтонких порошков при многократной рециркуляции частиц в высоконапряженных центробежных полях. Так, из плазмохимических порошков ферритов производства Сибирского химического комбината (г. Северск) были выделены несколько фракций с различными магнитными свойствами. Из промышленных порошков марки АСД выделены субмикронные фракции алюминия. Узкие фракции выделены из порошков меди, выпускаемых газофазным методом «НПП “Высокодисперсные металлические порошки”» (г. Екатеринбург). Поэтому, технология может использоваться для качественного улучшения дисперсных характеристик порошков, в том числе наноразмерных, получаемых другими методами.

Проведена апробация технологии получения субмикронных и наноразмерных порошков тугоплавких соединений для производства керамики с высокими характеристиками (рис. 3). Использование сверхтонких порошков Al_2O_3 позволило получить образцы керамики с трещиностойкостью, вдвое превышающей значение этого показателя стандартной корундовой керамики.

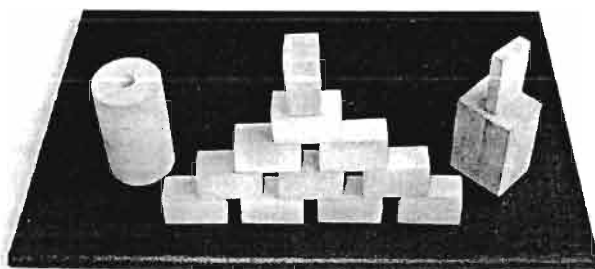


Рис. 3. Образцы керамики Si_3N_4

Образцы выпущенной продукции прошли успешные испытания в Германии, США, Италии, Канаде, Китае, Израиле и других странах. Получены заказы от НПО «Нанометрические порошки металлов» (г. Москва) на поставку наноразмерных порошков в Германию.

Таким образом, многолетняя работа авторского коллектива ТГУ позволила реализовать на практике результаты разработок, в том числе освоить производство абразивов, тугоплавких материалов, биологически активных веществ, лекарственных субстанций и т. д. Технологии, разработанные авторами, являются уникальными и обеспечивают производство нормированных субмикронных и нанопорошков в объемах, достаточных для реализации многих технологических процессов производства новых функциональных и конструкционных материалов. Объем производства продукции по разработанной технологии достигает по различным материалам до 100 т в год.

Целью дальнейших работ научного коллектива в содружестве с партнерами является создание новых высокоэффективных технологий получения наноразмерных порошкообразных компонентов и материалов на их основе, ускорение внедрения их в экономику России на базе инновационной системы, функционирующей в Томском государственном университете и доказавшей свою эффективность.