

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы

Получение порошка оксида циркония из цитратных суспензий

УДК 621.762: 669.296: 661.746.5

Студент

Группа

ФИО

Подпись

Дата

4Б22

Подгаецкая В.В.

Руководитель

Должность

ФИО

Ученая степень,
звание

Подпись

Дата

Доцент

Лямина Г.В.

К.Х.Н

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность

ФИО

Ученая степень,
звание

Подпись

Дата

Ассистент

Грахова Е.А.

По разделу «Социальная ответственность»

Должность

ФИО

Ученая степень,
звание

Подпись

Дата

Профессор

Назаренко О.Б.

Д.Т.Н

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой

ФИО

Ученая степень,
звание

Подпись

Дата

Наноматериалов и
нанотехнологий

Хасанов О.Л.

Д.Т.Н

Томск – 2016 г.

Планируемые результаты обучения по ООП 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов (бакалавриат)

Код результата	Результат обучения
P1	Применять основные положения и методы гуманитарных наук при решении социально-общественных и профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P2	Использовать современное информационное пространство при решении профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P3	Разрабатывать, оформлять и использовать техническую документацию, включая нормативные документы по вопросам интеллектуальной собственности в области материаловедения и технологии материалов
P4	Проводить элементарный экономический анализ ресурсов, технологий и производств при решении профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P5	Эффективно работать в коллективе на основе принципов толерантности, использовать устную и письменную коммуникации на родном и иностранном языках в мультикультурной среде
P6	Эффективно выполнять трудовые функции по реализации высокотехнологичных производств материалов и изделий
P7	Проводить комплексную диагностику материалов, процессов и изделий с использованием технических средств измерений, испытательного и производственного оборудования
P8	Готовность к мотивированному саморазвитию, самоорганизации и обучению для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности в области материаловедения и технологии материалов
P9	Успешно использовать методы и приемы организации труда, обеспечивающие эффективное, экологически, социально и технически безопасное производство
P10	Использовать принципы производственного менеджмента и управления персоналом в производственной деятельности в области материаловедения и технологии материалов

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой

9.02.2016 Хасанов О.Л.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
4Б22	Подгаецкой Вере Владимировне

Тема работы:

Получение порошка оксида циркония из цитратных суспензий	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	05.04.2016 №2598/с
Срок сдачи студентом выполненной работы:	15.06.2016

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Работа посвящена получению порошков оксида циркония из цитратных суспензий. По технике безопасности работа с оксидными порошками проводится в вытяжном шкафу и с использованием средств индивидуальной защиты.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Получить водные суспензии солей циркония, с лимонной кислотой и лимоннокислым натрием; 2. Выделить порошки двумя способами: методом распылительной сушки и фильтрацией; 3. Изучить термическое поведение порошков в процессе отжига; 4. Определить фазовый состав порошков; 5. Изучить морфологию полученных порошков; 6. Оценить удельную поверхность полученных частиц; 7. Провести литературный обзор по способам получения порошков оксида циркония

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

Раздел	Консультант
«Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	Грахова Е.А., ассистент кафедры менеджмента
«Социальная ответственность»	Назаренко О.Б., д.т.н., профессор кафедры экологии и безопасности жизнедеятельности

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

Разделы на русском языке: литературный обзор, экспериментальные методики, результаты и их обсуждения, финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение, социальная ответственность.

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	09.02.2016
--	------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Лямина Г.В.	к.х.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б22	Подгаецкая В.В.		

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий
Период выполнения (весенний семестр 2015/2016 учебного года)

Форма представления работы:

Бакалаврская работа

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	20.06.2015
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
10.04.2016	Литературный обзор по теме бакалаврской работы	20
31.05.2016	Выполнение эксперимента по теме работы	30
15.06.2016	Обсуждение результатов и оформление работы	50

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Г.В. Лямина	к.х.н		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Наноматериалов и нанотехнологий	О.Л. Хасанов	д.т.н		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа изложена на 75 страниц, включая 16 рисунков, 18 таблиц, 27 источников, 2 приложения.

Ключевые слова: нанопорошок, оксид циркония, химическое осаждение, распылительная сушка.

Объектом исследования являются композиционные порошки оксида циркония, стабилизированного лимонной кислотой и лимоннокислым натрием.

Целью работы было получить порошки оксида циркония из водных цитратсодержащих суспензий методом распылительной сушки (Nano-Spray Dryer).

В процессе исследования были использованы следующие методы: РФА, РЭМ, БЭТ, ТГ/ДСК.

В результате исследования методом распылительной сушки получены порошки композиционной керамики. Показано, что применение цитратсодержащих суспензий позволяет получать менее плотные сферические частицы с удельной поверхностью $20,87 \pm 0,17$. При этом лимонная кислота позволяет получать сферы с более тонкими стенками и, согласно данным термического анализа, обеспечивает более однородные суспензии.

Область применения: Высокочистый диоксид циркония используется в стоматологии для изготовления зубных коронок и мостов.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ, НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ТГ – термогравиметрический анализ;

ДСК – дифференциально-сканирующая калориметрия

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

РФА – рентгенофазовый анализ

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	8
1. Литературный обзор	10
1.1. Свойства оксида циркония	10
1.2. Получение порошка ZrO_2	11
1.2.1 Синтез наночастиц диоксида циркония путем термического разложения	14
1.2.2. Метод осаждения	17
1.2.3. Гидротермальный метод	18
1.2.4. Золь-гель метод	20
2. Экспериментальная часть	22
2.1 Приборы и материалы	22
2.2 Методики получения порошков	23
2.3 Методики исследования порошков	26
3. Результаты и их обсуждение	28
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	37
5. Социальная ответственность	53
Выводы	63
Список публикаций	64
Список использованной литературы	66
Приложение А Дифрактограммы порошков оксида циркония	67
Приложение Б РЭМ изображения оксида циркония	70

ВВЕДЕНИЕ

Керамика на основе диоксида циркония отличается высокими прочностными показателями и трещиностойкостью при сохранении устойчивости к коррозии и износу. При достижении необходимой степени очистки она активно применяется в медицине, например, для изготовления коронок. Благодаря своей высокой степени прозрачности в особенности подходит для изготовления зубных мостов. Существенно расширить области применения керамики позволило применение нанопорошков. Однако в нашей стране получение наноразмерного оксида циркония высокой чистоты остается, преимущественно, на лабораторном уровне. В частности, зубные техники используют, в основном, импортной сырье.

На сегодняшний момент существуют несколько способов получения нанопорошков. Популярным методом синтеза нанопорошков является химический метод. Он позволяет широко варьировать, кристаллическую структуру и химический состав частицы. Основные преимущества метода являются низкая себестоимость и возможность производства порошков в промышленных масштабах. Однако порошки полученные данным способом имеют высокую степень агломерации, и широкий диапазон размеров частиц. Решить эту проблему позволяют методы, связанные с быстрым удалением растворителя. В частности метод распылительной сушки.

Целью работы было получить порошки оксида циркония из водных цитратсодержащих суспензий методом распылительной сушки (Nano-Spray Dryer).

Для достижения поставленной цели предполагалось решить следующие задачи:

1. Получить водные суспензии солей циркония, с лимонной кислотой и лимоннокислым натрием.
2. Выделить порошки двумя способами: методом распылительной сушки и фильтрацией.

3. Изучить термическое поведение порошков в процессе отжига.
4. Определить фазовый состав порошков.
5. Изучить морфологию полученных порошков.
6. Оценить удельную поверхность полученных частиц.

1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1. Свойства оксида циркония

Диоксид циркония широко используется при получении высокоогнеупорных изделий, жаростойких эмалей, тугоплавких стекол, различных видов керамики, керамических пигментов, твердых электролитов, термозащитных покрытий, катализаторов, искусственных драгоценных камней, режущих инструментов и абразивных материалов [1]. Высокие прочность и трещиностойкость диоксида циркония обусловлены переходом метастабильной тетрагональной модификации в стабильную моноклинную.

В настоящее время оксид циркония уже применяется для серийного производства в некоторых областях промышленной индустрии, а также в медицинской области – для изготовления протезов тазобедренных суставов. В области стоматологии целью является создать научный метод изготовления индивидуальных каркасов в стоматологии, при этом подобная разработка должна была оптимально встраиваться в уже существующие рабочие зуботехнические этапы. Сверхтехнологичная керамика – оксид циркония – обладает удивительными свойствами: выдающиеся механические свойства, биологическая совместимость и эстетичный белоснежный цвет. За счет добавления небольшой доли оксида иттрия достигается микроструктурное изменение, повышающее прочность оксида циркония. Вследствие этого, специалисты в области керамических масс говорят об оксиде циркония, стабилизированном оксидом иттрия [2].

Диоксид циркония может существовать в трех установившихся полимерных модификациях: моноклинной (*m*), кубической (*c*), и тетрагональной (*t*) [3, 4]. На рисунке 1 показано что, ZrO_2 моноклинная фаза стабильна до температуры 1170 °C ; при температуре выше 1170 °C он преобразуется в тетрагональную, а затем при 2370 °C – в кубическую симметрию ; кубическая симметрия сохраняется до температуры плавления 2680 °C. Форма решётка для каждый фаза можно посмотрим на рисунке 1 [5,6].

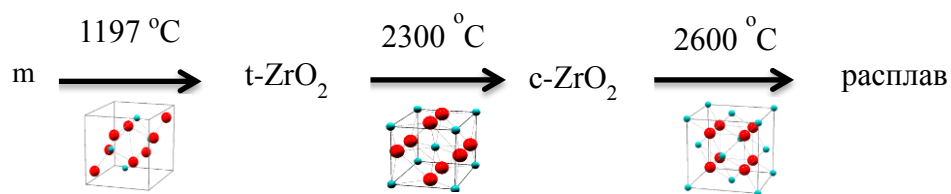


Рисунок 1. Схема фазовых переходов в чистом диоксиде циркония: m-, t-, c-ZrO₂ – моноклинная, тетрагональная, кубическая модификации ZrO₂.

1.2 Получение порошков оксида циркония

Основными химическими методами способных получать материал в виде порошка являются следующие методы: осаждение из растворов, золь-гель метод, синтез в водных растворах, гидротермальный метод. Каждый из методов имеет свои достоинства и недостатки. Помимо химических методов можно выделить смешанно–оксидный процесс.

Из исходных веществ в виде водных растворов оксинитрата циркония (ZrO(NO₃)₂·2H₂O), нитратов иттрия (Y(NO₃)₃·6H₂O), алюминия (Al(NO₃)₃·9H₂O) и водного раствора аммиака авторы работы [7] обеспечивают осаждение гидроксидов циркония, иттрия и алюминия, гелеобразные осадки которых фильтруют и замораживают при температуре минус 20–25°C с образованием ксерогелей, которые подвергают процессу кристаллизации при температуре от 400°C до 500°C. Осуществляют формование полученных нанопорошков-прекурсоров методом двустороннего статического прессования при давлении 150 МПа без добавления связующего. Далее проводят обжиг в интервале температур 1100-1300°C с изотермической выдержкой в течение 2 ч, после чего керамические образцы удаляют из печи и подвергают быстрому охлаждению. Данный способ обеспечивает получение нанокристаллических порошков с требуемой размерной однородностью и химической чистотой состава, при этом снижается температура синтеза и спекания продукта, уменьшается продолжительность процесса фазообразования.

Методом электронной микроскопии изучена микроструктура нанокерамики (ZrO₂)_{0.97}(Y₂O₃)_{0.03} и (ZrO₂)_{0.97}(Y₂O₃)_{0.03}+7 мол. % Al₂O₃,

спеченной при 1300°C (2 ч), рисунок 2 (а, б). Из чертежа следует, что нанокерамика считается хорошо закристаллизованной и очень плотной, открытая пористость составляет менее 1%.

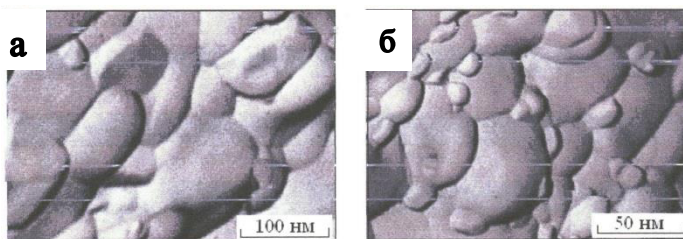


Рисунок 2. микрофотографии керамики (а - $(\text{ZrO}_2)_{0.97}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.03}$, 1300°C (2 ч); б - $(\text{ZrO}_2)_{0.97}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.03}+7$ мол. % Al_2O_3 , 1300°C (2 ч)).

По сравнению с твердым раствором $(\text{ZrO}_2)_{0.97}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.03}$ величина среднего размера кристаллита фазы $t\text{-ZrO}_2$ в композиции $(\text{ZrO}_2)_{0.97}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.03}+7$ мол. % Al_2O_3 меньше (рисунок 2 б), что объясняется тем, что Al_2O_3 , растворяясь в твердом растворе на основе ZrO_2 , уменьшает средний размер кристаллитов и замедляет их рост.

Заявленный низкотемпературный метод синтеза керамики на основе тетрагонального твердого раствора ZrO_2 в системах $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ и $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ содержит ряд плюсов достоинств по сравнению с используемым методом получения стабилизированного диоксида циркония для реставрационной стоматологии:

1. Обеспечивает гомогенное рассредотачивание первоначальных реагентов на ионно-молекулярном уровне, собственно, что способствует получению нанокристаллических порошков с требуемой размерной однородностью и химической чистотой состава.
2. Понижает температуру синтеза (500°C) и спекания (1200-1300°C) продукта данного состава, а еще позволяет уменьшить длительность процесса фазообразования.
3. Считается достаточно простым, имеет возможность осуществляться на типовом оборудовании и не требует дорогих реагентов.
4. Невысокая себестоимость получаемого продукта и вероятность синтезировать порошки данного состава в больших количествах.

5. Предварительные расчеты дают возможность представить, что приблизительная цена керамики на основе $t\text{-ZrO}_2$, полученной по разработанной нами технологии, станет на 15-20% ниже стоимости материала зарубежного производства.

Недостатками известного прототипа считаются многоступенчатость технологии получения представленной керамики, необходимость промежуточного помола, собственно, что приводит к дополнительному загрязнению материала. Также получение метастабильной кубической структуры диоксида циркония, приводящей к ухудшению механических свойств керамики, добавка поверхностно-активного вещества, которая загрязняет материал и отрицательно воздействует на механических и биохимических свойствах получаемого продукта, высокие температуры спекания керамики: 1600-1700°C.

В работе [8] метод получения стабилизированного порошка ZrO_2 является смешанно-оксидный процесс или твердофазный процесс. В представленном методе смеси из диоксида циркония и стабилизаторов гомогенизируют и затем спекают до стабилизированного порошка ZrO_2 . Процесс твердого тела считается обычным и наименее затратным. В противоположность мокрым способам, за исключением регенерируемой воды или водяного пара, здесь не проявляется практически никаких побочных продуктов или загрязненных сточных вод. Чистый оксид циркония (ZrO_2) находится в трех модификациях. Кубическая фаза высокой температуры превращается ниже 2300°C в метастабильный тетрагональный оксид циркония, и между 1200°C и 950°C наблюдают переход тетрагонального в моноклинный ZrO_2 . Трансформации между моноклинными фазами и фазами высокой температуры при нагревании и охлаждении связывают с неравномерными изменениями объема.

Спекание диоксида циркония происходит в температурной области, которая проходит через температуру обратимого моноклинно-тетрагонального превращения фаз. Чтобы предотвратить обратное превращение в моноклинную фазу, потребуется стабилизация модификаций высокой температуры с

посторонними оксидами. В качестве недостатков способа называют высокие температуры спекания $>1300^{\circ}\text{C}$ и незначительную гомогенность порошков, которые впоследствии после спекания содержат от 25 до 30 об.% моноклинной фазы. Чтобы минимизировать части моноклинной фазы, продукты вторично измельчают и поддерживают равномерную температуру на нескольких стадиях, собственно, что значительно повышает стоимость продукта. Вследствие этого стабилизированный порошок ZrO_2 получают с трудом согласно смешанно-оксидным способам.

1.2.1 Синтез наночастиц диоксида циркония путем термического разложения комплекса циркония с лимонной кислотой

Наиболее часто применяемый метод синтеза, позволяющий добиваться высокого процента тетрагональной фазы, является метод Печини. В работе [9] описан способ получения чистого стабильного тетрагонального ZrO_2 в присутствии структуронаправляющих агентов методом разложения металлорганического прекурсора.

На стадии синтеза в водный раствор, содержащий 10 ммоль ZrOCl_2 , вводили 20 ммоль лимонной кислоты, затем pH реакционной смеси регулировали 2М раствором NaOH (квалификация всех реактивов ХЧ). Реакционную смесь ставили на водяную баню и медленно выпаривали до образования полимерного геля. Гель сушили в вакуумном шкафу при 90°C в течение двух суток, растирали в ступке и нагревали в муфельной печи со скоростью $2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. При достижении 600°C образец оставляли в течение 4 часов. После термической обработки полученный порошок многократно отмывали дистиллированной водой для удаления примеси NaCl. Затем образцы высушивали при 100°C в течение суток. Контроль pH во время синтеза проводили, используя pH-метр Sartorius PP 25. Рентгенофазовый анализ проводили при помощи порошкового дифрактометра PAN analytical X'Pert Pro Philips. ПЭМ изображения получены на электронном микроскопе JEOL 2000 EX-II.

В результате pH среды является одним из важнейших условий синтеза оксидов переходных металлов с высоким координационным числом и склонностью к быстрому гидролизу в водных растворах с последующим образованием полиядерных аква-комплексов. Контроль над процессами гидролиза и полимеризации аква-комплексов переходных металлов является ключевым в регулировании физико-химических характеристик, структуры и морфологии оксидных материалов. pH среды определяет степень гидролиза, олигомеризации и скорость полимеризации водных растворов солей циркония, а также степень депротонированности лиганда, что в свою очередь сказывается на структурных особенностях формирующегося геля.

Рентгенофазовый анализ (рисунок 3) позволил установить, что увеличение pH синтеза прекурсора способствует формированию моноклинной фазы ZrO_2 , тогда как наименьший процент моноклинной модификации наблюдался для образца, полученного при низких pH реакционной смеси.

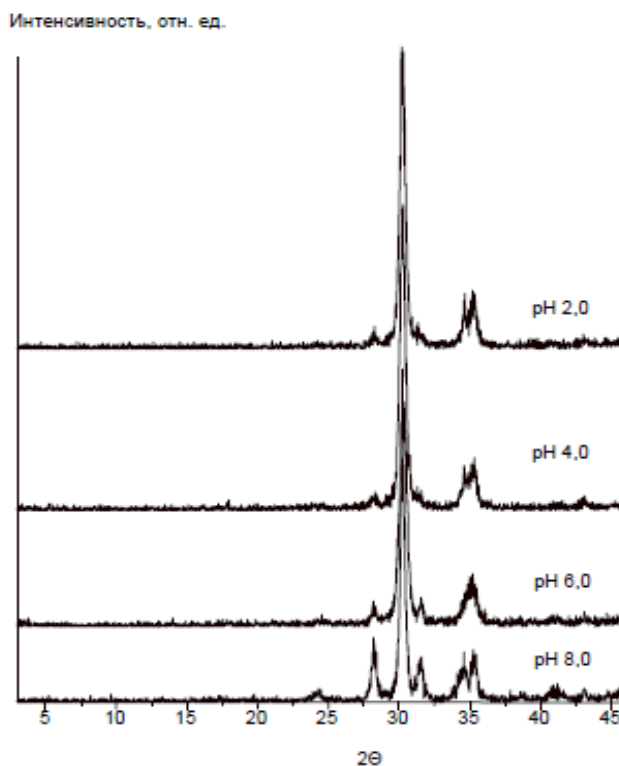


Рисунок 3. Рентгенофазовый анализ наночастиц ZrO_2 , полученных из прекурсоров с различными pH.

Образцы, полученные при pH 2 и 6, были исследованы методом просвечивающей электронной микроскопии. На рисунке 4 видно, что образец,

полученный при pH 6, состоит из крупных агломератов кристаллических частиц ZrO_2 (рисунок 4, а, б), тогда как для образца, синтезированного при pH 2, обнаружены дезагрегированные наночастицы ZrO_2 (рисунок 4, в, г).

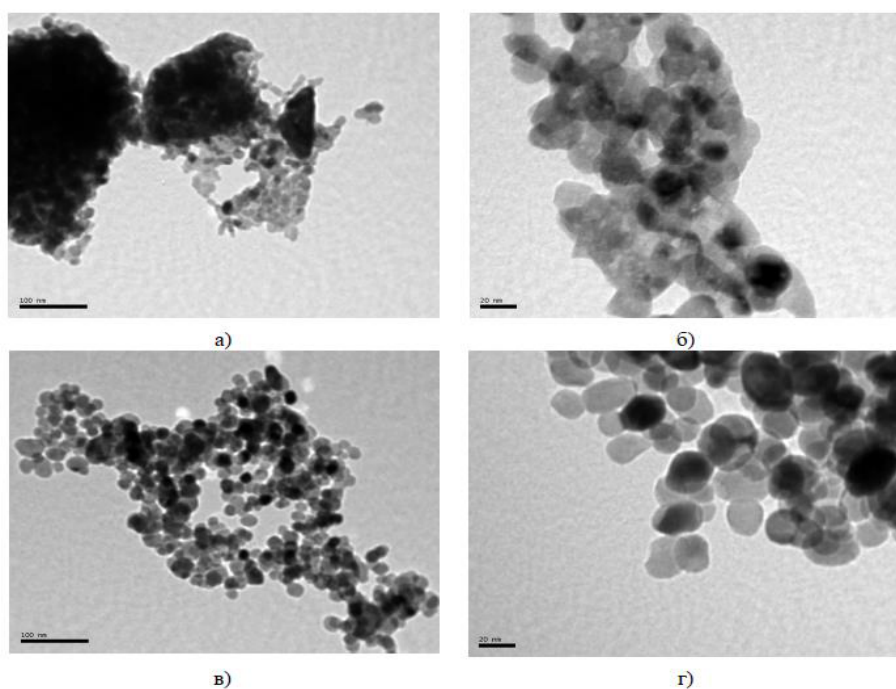


Рисунок 4. ПЭМ-изображения образцов, полученных при pH 6 (а, б) и pH 2 (в, г)

Из данной работы можно сделать вывод, что при синтезе диоксида циркония методом Печини из цитратного комплекса pH реакционной смеси оказывает значительное влияние на размеры и фазовый состав частиц, формирующихся при последующей термической обработке ZrO_2 . Низкий pH комплекса (pH 2,0) способствует формированию дезагрегированных наночастиц диоксида циркония размером 15–20 нм преимущественно тетрагональной модификации, содержание которой в данном материале составляет 89 %. Повышение pH водного раствора комплекса циркония до 6 приводит к образованию крупных агрегатов с содержанием тетрагональной фазы не более 71 % [10].

1.2.2 Метод осаждения

Метод химического осаждения позволяет получать наноразмерные порошки высокой дисперсности (от 1 до 1000 нм) и регулировать их гранулометрический состав. Процесс осаждения включает две основные стадии: образование кристаллических зародышей и их дальнейший рост.

Общим условием формирования высокодисперсных наноразмерных осадков, является сочетание высокой скорости образования зародышей с малой скоростью их роста [11]. Поскольку нитрат циркония легкодоступен, самым удобным способом введения оксида циркония в качестве носителя в катализатор является метод соосаждения. Это процедура состоит в совместном введении нитрата циркония и других ингредиентов катализатор, причем цирконий добавляют в количестве, необходимом для обеспечения функций стабилизатора или носителя, а затем осаждение производят обычным путем.

Другой метод получения катализаторов на оксиде циркония заключается в использовании продажного карбоната циркония. Его вводят в виде суспензии в растворе исходных солей катализаторов. Затем карбонат соосаждают с каталитическими ингредиентами или карбонат циркония растворяют в азотной кислоте, после чего проводят осаждение всей каталитической массы. В результате последней процедуры получается самое однородное распределение компонентов.

1.2.3 Гидротермальный метод

Группа американских учёных предложила новый метод синтеза наноструктурированных частиц диоксида циркония из цирконил-нитрата с внедрением гидротермального метода [12].

Однако всё большую популярность приобретает гидротермальный метод синтеза, так как он позволяет, варьируя условия, не только получать различные наноструктуры, но предотвращать агломерацию частиц, добиваться высокой кристалличности продукта и уменьшать температуру синтеза до 100-200°C. Как правило, для получения диоксида циркония используют хлорид цирконила или же гидроксид циркония.

Недостаток такого подхода заключается в том, что нужно проводить дополнительную закалку полученных образцов на воздухе для формирования моноклинной структуры. Авторы работы использовали цирконил-нитрат для получения наноструктурированного порошка диоксида циркония.

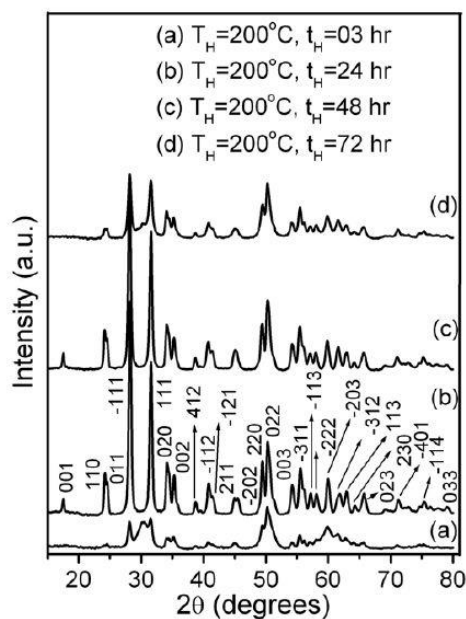


Рисунок 5. Рентгенограммы наноструктур диоксида циркония, синтезированных при температурах 200С в течение 3, 24, 48 и 72 часов соответственно. Все дифракционные максимумы соответствуют моноклинной фазе диоксида циркония.

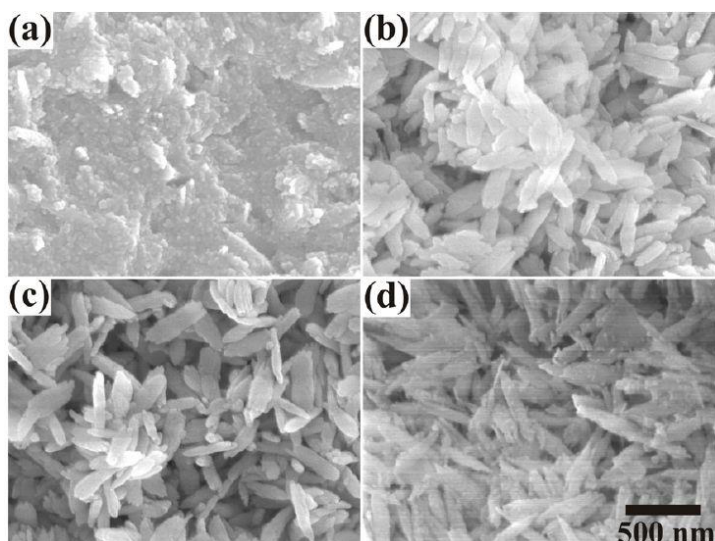


Рисунок 6. SEM-изображения полученного порошка при продолжительности синтеза (a) 3, (b) 24, (c) 48 и (d) 72 часов.

Полученные образцы были изучены с помощью РФА, СЭМ-изображения (рисунок 5,6, соответственно). Из приведённых данных следует, собственно, что время синтеза 24-48 часов оптимально для получения нанопалочек диоксида циркония с моноклинной структурой. При увеличении времени гидротермальной обработки размеры наночастиц возрастают.

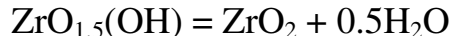
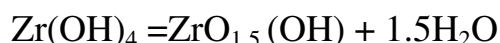
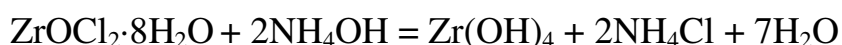
Авторы работы надеются, что развитие представленного метода позволит получать частицы и иных форм, включая сферические и нановолокна.

1.2.4 Золь-гель метод

Нанокристаллический ZrO_2 , имеющий преимущественно тетрагональную модификацию, был синтезирован с внедрением метода золь-гель.

Под золь-гель методом понимается совокупность стадий, включающая изготовление раствора прекурсора, поочередный перевод его сначала в золь, а затем в гель за счет процессов гидролиза и конденсации, последующее старение, высушивание и термическая обработка продукта.

Золь-фаза представляет собой взвесь мелких коллоидных частиц размером менее 100 нм, которые образуются в результате протекающих в растворе химических реакций [13, 14, 15, 16]. Примером является осаждение гидроксида циркония из раствора ZrOCl_2 в результате реакции с аммиаком



Гель образуется в результате потери некоторого количества жидкости золем, и поэтому он имеет более высокую вязкость. На рисунке 7 показан рентгенофазовый анализ ZrO_2 при температурах 500°C, 600°C и 700°C. Видно,

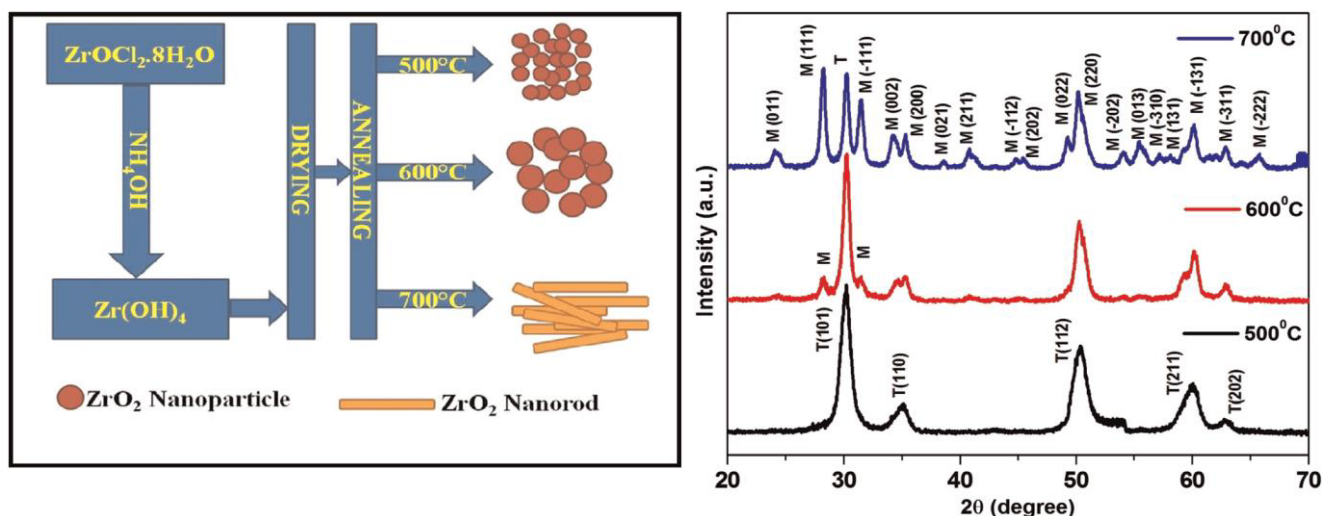


Рисунок 7. Синтез наноструктуры и фаза ZrO_2 при температуры 500°C, 600°C и 700°C

что при температуре 500°C преобладает больше количество тетрагональной фазы. При температуре 600°C и 700°C преобладает моноклинная.

Про морфологию после температуры 700°C, можно сказать что ZrO_2 будет в виде нанострежней (рисунок 7). В настоящее время проявляется большой интерес к золь-гель технологии получения керамики, и несомненно будет распространяться на производство композитов с керамическими матрицами.

Данный способ включает в себя формирование металлооксополимерных цепей – золя или же геля из растворимых полигидроксокомплексов, образовавшихся в итоге гидролиза металлоорганических комплексных или неорганических соединений. Под золями понимаются высокодисперсные коллоидные системы, которые представлены мельчайшими частицами коллоидных размеров, равномерно распределенными в дисперсионных средах. Для образования наноструктур актуальны процессы образования конденсированных форм при гидролизе прекурсоров – стадия, определяющая морфологию и фазовый состав получаемых продуктов.

Золь-гель метод синтеза наночастиц относительно легко реализуется в лабораторных условиях. Но у этого метода есть серьёзные недостатки: он не обеспечивает монодисперсности частиц; не позволяет получать двумерные и одномерные наноструктуры и контролировать их параметры анизотропии; этим методом нельзя синтезировать пространственно-упорядоченные структуры, состоящие из наночастиц, расположенных на одинаковом расстоянии друг от друга, или параллельных нанопластин с прослойками инертной матрицы; получение требуемых систем невозможно из-за химического взаимодействия прекурсоров или продуктов синтеза с гелеобразующим агентом [17].

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1 Приборы и материалы

В работе использовали следующие приборы и материалы, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Приборы и материалы

Приборы	Материалы
- Сушильный шкаф СШ-80-01 СПУ; - Распылительная сушка Nano Spray Dryer B-90; - Печь атмосферная LAC VP 20/17 - Рентгеновский дифрактометр SHIMADZU XRD – 7000 X - RAY. - БЭТ-анализатор удельной поверхности МЕТА СОРБИ–М - Сканирующий (растровый) электронный микроскоп JEOL JSM-7500FA - ТГ/ДСК/ДТА анализатор NETZSCH; - Весы “Shimadzu” AUY 120	- Цирконий нитрат 9-водный ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \times 9\text{H}_2\text{O}$) (ЧДА); - Цирконий (IV) оксихлорид 8-водный ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (ХЧ); - Лимонная кислота (HCit)(Ч); - Цитрат натрия (NaCit)(Ч); - Аммиак водный 25% NH_4OH (ЧДА).

2.2 Методики получения порошков

Оксид циркония получали методом распылительной сушки с помощью установки NanoSprayDryerB-90. Установка и схема ее работы представлена на рисунках 8, 9. Распылительная сушка была разработана для получения частиц размером от 300 нм до 10 мкм из растворов или суспензий, путем высушивания с выходом до 90%. Размер частиц на выходе зависит в основном от выбранного распылительного колпачка. Распылительная сушка также позволяет работать с

наночастицами (<100 нм) в составе наносуспензий или наноэмульсий.



Рисунок 8 – Установка распылительной сушки Nano Spray Dryer B-90

Процесс сушки происходит внутри распылительного цилиндра. После установления стабильного газового потока, через распылительную головку в распылительный цилиндр поступают мельчайшие капельки рабочего раствора. Капли образца высыхают в атмосфере горячего воздуха. Из-за небольшого размера высушенных частиц, требуется достаточно сильное электрическое поле, чтобы вывести их потока осушающего газа.

На рисунке 9 представлена детальная схема процесса распылительной сушки. Осушающий газ проходит через нагреватель и поступает вертикально (или под углом) в закрепленную распылительную головку. Капли образца высыхают в потоке нагретого воздуха. Электрическое поле генерируется благодаря высокому напряжению между электродом-коллектором и электродом высокого напряжения. В то время как высоковольтный электрод изменяет траекторию частиц (сдвигает в сторону стенок), электрод-коллектор

притягивает их. Таким образом, частицы собираются на внутренней стороне электрода-коллектора частиц.

По завершении работы установки частицы снимаются со стенки колбы с помощью специальной лопатки, получая тем самым нанопорошок.

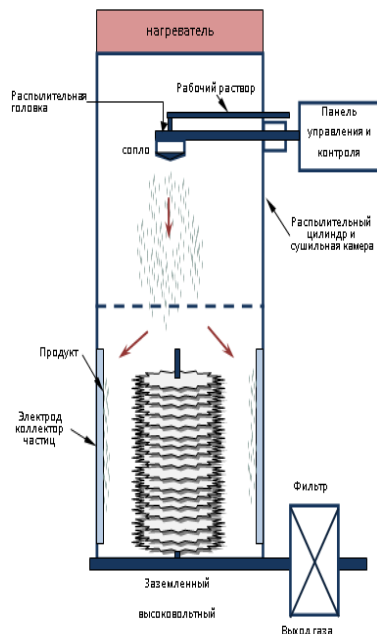
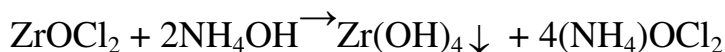
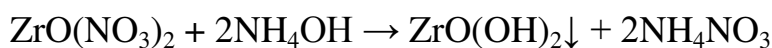


Рисунок 9 – Схема работы установки NanoSprayDryerB-90

В ходе эксперимента использовали следующие параметры сушки: скорость газового потока 140 л/мин, относительная интенсивность распыления –35 - 56%, $T = 60 - 80^{\circ}\text{C}$, $P = 120 \text{ Па}$, время работы установки – 5-20 минут.

Нанопорошок ZrO_2 получали с помощью осаждения суспензии $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ и ZrOCl_2 и дистиллированной воды, приготовленной из 1 М раствора солей добавлением гидроокиси аммония(NH_4OH):



При добавлении раствора гидроокиси аммония в суспензию частицы выпадали в осадок, который промывали дистиллированной водой до полного удаления аммиака из образца. Затем полученные осадки высушивали в течение 2 суток при комнатной температуре, для удаления свободной воды.

Цитратсодержащие суспензии готовили, используя раствор 1 М цирконила азотнокислого ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) квалификации чда, а также цирконий оксихлорид ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) квалификации хч. В качестве комплексообразователя использовали лимонную кислоту и лимоннокислый натрий, квалификации ч. Все растворы готовили с использованием дистиллированной воды.

На рисунке 10 представлена схема эксперимента.

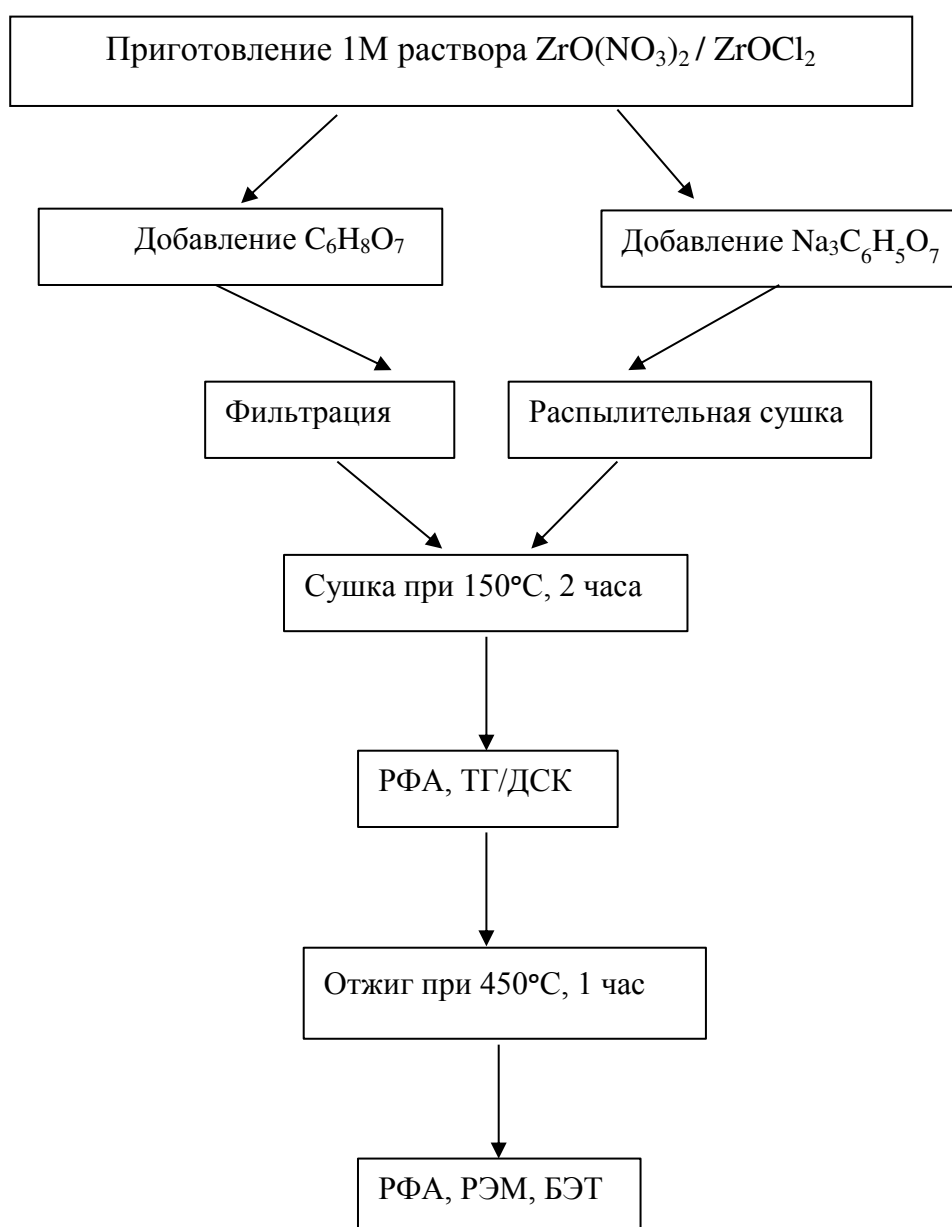


Рисунок 10 - Схема эксперимента

2.3 Методики исследования порошков

Для установления фазового состава и определения размера частиц порошки исследовали методом рентгенофазового анализа (РФА). Образцы перед исследованием измельчали в ступке и помещали в алюминиевую кювету диаметром 25 мм и высотой 2 мм. При исследовании использовали пошаговое сканирование с накоплением в точке 2,5 секунды. Для эксперимента был использован рентгеновский дифрактометр ShimadzuMaxima-X XRD-7000.

Обработку дифрактограмм – определения фазового состава порошков и размера частиц – проводили с помощью компьютерных программ “Search – Match” и “PowderCell”.

Обработка рентгенограмм программой «Search – Match» осуществлялась по следующему алгоритму:

1) Для загрузки рентгенограммы необходимо выбрать File – Import – загружаемый файл.

2) Фон убирается нажатием Tools – Subtract Background.

3) Поиск пиков осуществляется с помощью выбора Peak list – Peak search. Так же пики можно выбрать вручную Peak list – Add peak us.

4) Для загрузки эталонных значений нажать Search match. Для выбора необходимых элементов нажать кнопку Restriction на панели инструментов.

Качественный анализ порошков проводили в программе PowderCell:

1) Для загрузки стандартов необходимо выбрать File – Load – загружаемый эталон.

2) Для загрузки рентгенограммы необходимо выбрать Refinement – Load powder – загружаемый файл.

3) Степень полинома задается нажатием Refinement – Parameters – General – выбрать степень.

4) Расчет фазового состава производится с помощью выбора Refinement – Start.

5) Для расчета размера частиц по областям когерентного рассеяния выбираем Diffraction – size and strain.

6) Результаты расчета получаем нажатием Refinement – Result – results.

Для получения данных о морфологии порошков использовали растровую электронную микроскопию (РЭМ). Для эксперимента был использован Сканирующий (растровый) электронный микроскоп JEOL JSM-7500FA. Перед исследованием образцы покрываются тонким слоем платины для снятия заряда и экранирования падающего пучка от накопленного в объеме материала заряда.

Для получения измерения удельной поверхности порошков проводилось по 4-х точечному методу БЭТ на специальной установке «БЭТ-анализатор МЕТА СОРБИ–М». Прибор «СОРБИ – М» - предназначен для измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов путем сравнения объемов газа-адсорбата, сорбируемого исследуемым образцом и стандартным образцом материала с известной удельной поверхностью. В качестве газа-адсорбата в данной модификации использовали азот газообразный или аргон газообразный. В качестве газа-носителя – газообразный гелий высокой чистоты. Для работы с прибором используется специализированное программное обеспечение Sorbi – М [18].

Для получения данных о термических исследованиях образцов проводили на установке «ТГ/ДСК термоанализатор NETZSCH». Установка для термогравиметрии состоит из весов непрерывного взвешивания, печи, в которую помещают образец, термопары и программного регулятора температуры. Устанавливалась скорость продувки весов инертным газом 10 см³/мин и образца газом, не взаимодействующим с образцом в процессе измерения (азотом или аргонном), в соответствии с требуемыми условиями испытаний (анализа), 20 см³/мин. С помощью встроенного пакета программ Proteus Analysis рассчитывались параметры для выбранных температурных интервалов. Скорость изменения температуры 10 К/мин, диапазон температур от 20 до 1200 °С.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
4Б22	Подгаецкой Вере Владимировне

Институт	ИФВТ	Кафедра	НМНТ
Уровень образования	бакалавр	Направление/специальность	Материаловедение и технология материалов

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих.	Научное исследование проводится в лаборатории кафедры НМНТ ИФВТ, материально-техническая база НИИ ТПУ. В качестве исполнителей исследования задействовано 2 человека.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов.	<i>Проект выполняется в соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов» и ГОСТ Р 51541-99 «Энергосбережение. Энергетическая эффективность»</i>
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды – 30% от ФОТ.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ.	Потенциальные потребители результатов исследования
2. Разработка устава научно-технического проекта	Не требуется
3. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок.	1. Планирование научно-исследовательских работ. 2. Формирование бюджета исследования.
4. Определение ресурсной, экономической эффективности.	Расчет интегрального показателя эффективности научного исследования.
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):	
1. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ 2. График проведения и бюджет НИ	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
--	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Подпись	Дата
Ассистент	Грахова Е.А.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б22	Подгаецкая В.В.		

4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

В данной научно-исследовательской работе проводится получение порошка ZrO_2 из цитратсодержащих суспензий. Целью данного раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является определение перспективности, целесообразности проведения научного исследования с точки зрения ресурсоэффективности.

В задачи раздела входит: оценка коммерческого потенциала и перспективности проекта, анализ конкурентных технических решений, создание календарного плана и графика проведения работ, расчет бюджета научного исследования, определение ресурсоэффективности научного исследования.

4.1. Потенциальные потребители результатов исследования

Высококачественные оксидные керамики из чистого диоксида циркония отличается своей твердостью и высокой прочностью. Благодаря исключительной прочности диоксид циркония – идеальный материал для изготовления каркасов мостовидных протезов зубов боковых отделов, несущих большую жевательную нагрузку.

Керамика из чистого оксида менее подвержена коррозионному воздействию среды ротовой полости, чем силикатная керамика. В то же время, оксидная керамика менее прозрачна и меньше пропускает свет, чем стеклокерамика. Поэтому диоксид циркония используют только в качестве основного материала для изготовления каркасов.

Потенциальные потребители предоставляемых мною услуг будут стоматологии для зубного протезирования.

Карта сегментирования представлена в таблице 4.

Таблица 4- Карта сегментирования рынка услуг по производству изделий из оксидной керамики.

Количество продукции поставки	Изделия из диоксида циркония
<i>крупный</i>	А
<i>средний</i>	А, Б
<i>мелкий</i>	В

Стоматологии - А,

Компании по производству запорной арматуры - Б,

Компании по производству изоляторов - В.

4.2. Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1. Структура работ в рамках научного исследования

Информация об участниках проекта представлена в табличной форме (таблица 5)

Таблица 5- Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции
1	Лямина Г.В., доцент кафедры НМНТ	Руководитель проекта	Отвечает за реализацию, координирует деятельность участников проекта
2	Подгаецкая В.В., бакалавр кафедры НМНТ	Исполнитель по проекту	Выполнение экспериментальной части

Таблица 6– Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ работы	Содержание работы	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель темы
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Студент-дипломник
	3	Проведение патентных исследований	Студент-дипломник
	4	Выбор направления исследований	Руководитель, студент-дипломник
	5	Календарное планирование работ по теме	Студент-дипломник, руководитель
Теоретические и экспериментальные исследования	6	Изучение исходных образцов	Студент-дипломник
	7	Подготовка порошковой навески	Студент-дипломник
	8	Спекание образцов при температуре 150 и 450°С	Руководитель, студент-дипломник
	9	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Студент-дипломник
Обобщение и оценка результатов	10	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, студент-дипломник
	11	Определение целесообразности	Руководитель, студент-дипломник
	12	Создание методики получения оксида циркония	Руководитель, студент-дипломник

4.2.2.Определение трудоемкости выполнения работ

Расчет трудоемкости осуществляется опытно-статистическим методом, основанным на определении ожидаемого времени выполнения работ в человеко-днях по формуле:

$$t_{ожи} = \frac{3t_{mini} + 2t_{maxi}}{5}$$

где $t_{ожи}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.; t_{mini} – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.; t_{maxi} – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями.

$$T_{pi} = \frac{t_{ожи}}{Ч_i}$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$t_{ожи}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.2.3.Разработка графика проведения научного исследования

Наиболее удобным и наглядным в данном случае является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Диаграмма Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}$$

где T_{ki} — продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;

T_{pi} — продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$ — коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}$$

где $T_{\text{кал}}$ — количество календарных дней в году;

$T_{\text{вых}}$ — количество выходных дней в году;

$T_{\text{пр}}$ — количество праздничных дней в году.

Для студента, обучающегося в ВУЗе в течении 10 месяцев в году и имеющего 2 месяца летних каникул, коэффициент календарности рассчитывается:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{303}{303 - 47 - 9} = 1,23$$

Рассчитанные значения в календарных днях по каждой работе необходимо округлить до целого числа. Все рассчитанные значения сведены в таблицу 7.

Таблица 7– Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ						Исполнители, кол.	Длительность работ в рабочих днях		Длительность календарных дней	
	t _{min} , чел-дни		t _{max} , чел-дни		t _{ож} , чел-дни						
	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
Разработка технического задания	2		5		3		1	3		4	
Выбор направления исследований	15	3	30	10	21	6	2	21	6	26	7
Теоретические и эксперимент исследования	100	10	150	20	120	14	2	120	14	148	17
Обобщение и оценка результатов	14		21		17		2	9		11	

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

График представлен в виде таблицы 8 с разбивкой по месяцам и декадам (10 дней) за период времени выполнения научного исследования.

Таблица 8- Календарный план-график проведения НТИ по теме.

Содержание работ	Должность исполнителя	T _{ki} кал · дн	Продолжительность выполнения работ														
			январь	февраль			март			апрель			май			июнь	
				3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1
Составление и утверждение технического задания	Руководитель темы	4															
Подбор и изучение материалов по теме, проведение патентных исследований	Студент-дипломник	19															
Выбор направления исследований	Студент-дипломник, руководитель	5/5															
Календарное планирование работ по теме	Студент-дипломник, руководитель	2/2															
Изучение исходных образцов	Студент-дипломник	7															
Моделирование плотной упаковки сфер	Студент-дипломник	17															
Подготовка порошковой навески	Студент-дипломник	3															
Спекание образцов при температуре 150 и 450°С	Студент-дипломник	60															
Оценка эффективности полученных результатов	Студент-дипломник, руководитель	8/8															
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Студент-дипломник	30															
Оценка эффективности исследования и применения полученных данных	Студент-дипломник	9															

Где студент-дипломник, руководитель.

4.3.Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения.

4.3.1 Сырье, материалы, покупные изделия (за вычетом отходов)

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода.

Таблица 9- Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Оксихлорид циркония	0,5кг	200	100
Цирконил азотнокислый водный	0,5кг	3500	1750
Аммиак	0,3кг	120	36
Лимонная кис-та	0,5кг	80	40
Лимоннокислый натрий	0,5 кг	70	35
Фильтровальная бумага	5шт	25	125
Всего за материалы			2086

4.3.2 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 10- Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость оборудования, тыс. руб.
.	Распылительная сушка NanoSprayDryerB-90	1 шт.	2870	2870
.	Печь атмосферная	1 шт.	500	500
	Итого	2 шт.	3370	3370

4.4. Расчет фонда заработной платы

4.4.1 Основная заработная плата

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы оплаты труда. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы (размер определяется Положением об оплате труда). Расчет заработной платы персоналу сведен в таблицу.

Заработная плата определяется в соответствии с количеством отработанного времени по теме и установленным штатно-должностным окладом.

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника; T_p – продолжительность работ, выполняемых научно – техническим работником, раб. дн.; $Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}}$$

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года; $F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно – технического персонала, раб. дн.

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{тс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}}$$

где $Z_{\text{тс}}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; $k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{\text{тс}}$); $k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5 (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: 15-20% от $Z_{\text{тс}}$); $k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 11.

Таблица 11– Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{\text{тс}}$, руб	$k_{\text{пр}}$	$k_{\text{д}}$	$k_{\text{р}}$	$Z_{\text{м}}$, руб.	$Z_{\text{дн}}$, руб.	$T_{\text{р}}$, раб. дн.	$Z_{\text{осн}}$, руб.
Руководитель	23264,9	0,3	0,2	1,3	45366,6	2020,3	91	183853,6
Студент-бакалавр	14874,5	0,3	0,2	1,3	29005,3	1291,7	211	272555,6

4.4.2 Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала

В данную статью включается сумма выплат, предусмотренных законодательством о труде, например, оплата очередных и дополнительных отпусков; оплата времени, связанного с выполнением государственных и общественных обязанностей; выплата вознаграждения за выслугу лет и т.п. (в среднем – 12 % от суммы основной заработной платы).

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10-15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}} \quad (4)$$

где, $З_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты ($k_{\text{доп}} = 0,12$);

$З_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

Студент-дипломник: $З_{\text{доп}} = 272555,6 \times 0,12 = 32706$ руб.

Руководитель: $З_{\text{доп}} = 183853,6 \times 0,12 = 22062$ руб.

4.4.3 Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. В расчетах эти расходы принимаются в размере 70 - 90 % от суммы основной заработной платы научно-производственного персонала данной научно-технической организации.

Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (5)$$

где, $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов ($k_{\text{накл}} = 0,9$).

Студент-дипломник: $C_{\text{накл}} = 0,9 \times (272555 + 32706) = 274734,9$ руб.

Руководитель: $C_{\text{накл}} = 0,9 \times (183853 + 22062) = 185323,5$ руб.

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (6)$$

где, $k_{\text{внеб}}$ – (0,271) коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Отчисления на социальные нужды составляет 30%

Студент-дипломник: $C_{\text{внеб}} = 0,271 \cdot 305261 = 82725$

Руководитель : $C_{\text{внеб}} = 0,271 \cdot 205915 = 55803$

Затраты на электроэнергию

Тариф на электроэнергию – 2,81 руб. за 1 / (кВт·ч)

Таблица 12- Затраты на электроэнергию

№ п/п	Наименование оборудования	Мощность кВт	Время эксплуатации, (час)	Расход электроэнергии, руб.
1.	Распылительная сушка	1,4	1200	7324,8
2.	Печь атмосферная	12	60	3139,2
	ИТОГО	13,4	1270	10464

Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение - 30,22 р. м³

Примерный расход воды за время исследований составляет - 15 м³

Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет - 453,3 руб.

Вода использовалась при процессе получения порошка методом химического обратного осаждения для приготовления растворов, для промывания геля от аммиака при фильтрации и приготовления суспензий для получения порошка методом распылительной сушки. Так же вода использовалась для мытья химической посуды и промывания установки NanoSprayDryer B-90.

4.4.4. Амортизация

Затраты на амортизацию оборудования рассчитываются по формуле:

$$Z_{\text{об}} = (Ц \cdot F_{\text{ф}}) / (F_{\text{н}} \cdot F_{\text{сс}}) \quad (7)$$

где Ц – цена оборудования, руб.; $F_{\text{н}}$ – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч; $F_{\text{сс}}$ – срок службы оборудования, год; $F_{\text{ф}}$ – фактическое время занятости оборудования, ч. $F_{\text{н}} = 250 \text{ дней} = 6000 \text{ ч.}$

Вычисленная амортизация оборудования представлена в таблице 13. Данные взяты на основе отчета лаборатории.

Основная статья амортизационных отчислений приходится на микровизор, в связи с его постоянным использованием.

Таблица 13-Амортизационные расчеты

Номер	Наименование оборудования	Цена единицы оборудования, тыс. руб.	F _{сс} , год	F _ф , ч.	З _{об} , руб.
1	Распылительная сушка	2870	20	1200	28700
2	Печь атмосферная	500	20	60	250
Итого:					28950

4.4.5. Формирование бюджета затрат проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно – технической продукции. Определение бюджета затрат на научно – исследовательский проект по каждому варианту исполнения приведен в таблице 14.

Таблица 14 - Полная смета затрат

Статьи	Затраты, руб.
Основные и вспомогательные материалы	2086
Оборудование	3 370 000
Заработная плата	183853,6 / 272555,6
Дополнительная заработная плата	22062 / 32706
Затраты на электроэнергию	10464
Отчисления на социальные нужды	55803 / 82725
Затраты на водоснабжение	453,3
Накладные расходы	185323,5 / 274734,9
Амортизация	28950
Итого	3858955,4 / 4074674,8

Таким образом, суммарно бюджет разработки составил 3858955,4/4074674,8 рублей. Большая сумма обоснована большой стоимостью оборудования для работы.

4.4.6. Оценка сравнительной эффективности исследования

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, \quad I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p \quad (8)$$

где, I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов;

a_i – весовой коэффициент i -го параметра;

b_i^a, b_i^p – балльная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Таблица 15 - Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерий \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Порошок, полученный методом распылительной сушки	Порошок, полученный методом механического синтеза
1. Рост производства	0,1	5	3
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,1	4	3
3. Цена (уменьшение себестоимость продукции)	0,2	5	3
4. сбережение	0,2	4	2
5. Надежность	0,2	4	4
6. Материалоемкость	0,2	4	3
ИТОГО	1	4,3	3

$$I_m^a = 0,1 \times 5 + 0,1 \times 4 + 0,2 \times 5 + 0,2 \times 4 + 0,2 \times 4 + 0,2 \times 4 = 4,3$$

$$I_m^p = 0,1 \times 3 + 0,1 \times 3 + 0,2 \times 3 + 0,2 \times 2 + 0,2 \times 4 + 0,2 \times 3 = 3$$

Исходя из раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» можно сделать выводы:

- При оценке сравнительной эффективности производства порошка методом механического синтеза и методом распылительной сушки, который является использованным в данном проекте, можно сделать

вывод, что настоящий проект является более ресурсоэффективным по сравнению с имеющимися аналоговыми конкурентами.

- Календарный план составлялся при помощи диаграммы Ганта, которая оптимизирует выполнение работы. По данным графика на выполнение исследования потребовалось 164 дня.
- Бюджет научного исследования составил 3858955,4 / 4074674,8 рублей. Столь высокую сумму можно обосновать дорогой техникой.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4Б22	Подгаецкой Вере Владимировне

Институт	ИФВТ	Кафедра	НМНТ
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения

Научно-исследовательская работа была выполнена в лаборатории Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии», кафедры НМНТ, ТПУ. Рабочей зоной являлось помещение лаборатории площадью 12 м², включающее персональный компьютер, установка для проведения эксперимента NanoSpray Dryer B-90. Порошки оксида циркония, полученные методом распылительной сушки и методом обратного осаждения.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Производственная безопасность

1.1. Анализ выявленных вредных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности:

- физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой;
- действие фактора на организм человека;
- приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);
- предлагаемые средства защиты;
- (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства).

1.2. Анализ выявленных опасных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности: электробезопасность.

2. Экологическая безопасность:

- защита селитебной зоны
- анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы).

3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	– <i>перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения;</i> – <i>выбор наиболее типичной ЧС;</i> – <i>разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</i> <i>разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.</i>
4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:	– <i>Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
д.т.н.	Назаренко О.Б.	Профессор		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б22	Подгаецкая В.В.		

Исходя из этих параметров, площадь данного помещения составляет:

$$S = 3 \cdot 4 = 12 \text{ кв.м};$$

$$\text{объем: } V = 3 \cdot 4 \cdot 3 = 36 \text{ куб. м.}$$

В лаборатории работает 2 человека. Значит, на каждого человека приходится 6 м² рабочей площади и 36 м³ объема воздуха. Это удовлетворяет санитарным нормам.

Недостаточная освещенность

К современному освещению предъявляются высокие требования как гигиенического, так и технико-экономического характера. Рациональное освещение рабочего места является одним из важнейших факторов предупреждения травматизма и профессиональных заболеваний. Правильно спроектированное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, способствует повышению производительности. О важности этого вопроса говорит тот факт, что условия деятельности связаны с преобладанием зрительной информации - до 90 % общего объема.

Существует три вида освещения – естественное, искусственное и комбинированное.

Требования к естественному освещению

1) Коэффициент естественного освещения для производственных помещений со зрительно напряженными работами должен составлять в соответствии со СП 52.13330.2011:

- 0,035 (3,5%) - при одном боковом освещении для наивысшей точности;
- 0,025 (2,5%) - при одном боковом освещении для работ высокой точности;
- 0,020 (2%) - при боковом освещении для работ высокой точности.

2) Световые проемы производственных помещений должны быть ориентированы на север, кроме того, должны быть предусмотрены солнцезащитные приспособления (жалюзи, козырьки, экраны, шторы, матовая окраска стекол и так далее), устраняющие слепящее действие солнечного света на рабочих местах.

Список публикаций

1. Подгаецкая В.В., Илела А.Э., Нургысанова А.Э. Получение композиционных порошков на основе оксидов алюминия циркония из водных растворов // Высокие технологии в современной науке и технике: сборник научных трудов IV международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» / под ред. А.Н. Яковлева; ТПУ. – Томск . – 2015. –стр. 136 – 140.
2. Подгаецкая В.В., Илела А.Э., Нургысанова А.Э. Получение композиционных порошков на основе оксидов алюминия циркония из водных растворов // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник трудов XII Международной конференция студентов и молодых ученых. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета. – 2015. –стр.1055 – 1057.
3. Podgaetskaya V.V., Ilela A.E, Lymina G.V., Nurgysanova A.E., Taybov A.F. Synthesis of $ZrO_2-Al_2O_3$ nanopowders by nano spray dryer B-90//Abstract 4th Nano Today 2015 «Elsevier conference». Institute of Bioengineering and Nanotechnology. Dubai, UAE. No.P4-06.
4. Подгаецкая В.В., Илела А.Э. Синтез наноразмерного ZrO_2 из цитратсодержащих суспензий // «Научное сообщество студентов XXI столетия. Технические науки»: Электронный сборник статей по материалам XXXIX студенческой международной научно-практической конференции. – Новосибирск: Изд. АНС «СибАК». – 2016. – № 2 (38). С.111-115
5. V.V. Podgaetskaya, Alfa.E. Ilela, A.E. Seitkazy, V.R. Sadykova Synthesis of nanosized ZrO_2 from sodium citrate/citric acid solution by spray drying method //Program Abstract 2nd International Young Scientists School «NANOSTRUCTURED MATERIALS»”. TPU, Tomsk. 2016. p.85