

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

Институт **Энергетический (ЭНИН)**

Направление подготовки **13.04.02 – Электроэнергетика и электротехника**

Кафедра **Электроснабжение промышленных предприятий (ЭПП)**

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ И КАТАЛИТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО КАРБИДА ВОЛЬФРАМА ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

УДК 533.95-047.84:621.3.013:661.182

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
5AM5E	Шатрова Ксения Николаевна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Сивков Александр Анатольевич	д.т.н., профессор		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Попова Светлана Николаевна	к.э.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Бородин Юрий Викторович	к.т.н., доцент		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Электроснабжение промышленных предприятий	Сурков Михаил Александрович	к.т.н., доцент		

Томск – 2017 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Общекультурные компетенции</i>	
ОК-1	Способность к абстрактному мышлению, обобщению, анализу, систематизации и прогнозированию
ОК-2	Способность действовать в нестандартных ситуациях, нести ответственность за принятые решения
ОК-3	Способность к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала
<i>Общепрофессиональные компетенции</i>	
ОПК-1	Способность формулировать цели и задачи исследования, выявлять приоритеты решения задач, выбирать и создавать критерии оценки
ОПК-2	Способность применять современные методы исследования, оценивать и представлять результаты выполненной работы
ОПК-3	Способность использовать иностранный язык в профессиональной сфере
ОПК-4	Способность использовать углубленные теоретические и практические знания, которые находятся на передовом рубеже науки и техники в области профессиональной деятельности
<i>Профессиональные компетенции</i>	
ПК-1	Способность планировать и ставить задачи исследования, выбирать методы экспериментальной работы, интерпретировать и представлять результаты научных исследований
ПК-2	Способность самостоятельно выполнять исследования
ПК-3	Способность оценивать риск и определять меры по обеспечению безопасности разрабатываемых новых технологий, объектов профессиональной деятельности
ПК-4	Способность проводить поиск по источникам патентной информации, определять патентную чистоту разрабатываемых объектов техники, подготавливать первичные материалы к патентованию изобретений, регистрации программ для электронных вычислительных машин и баз данных
ПК-5	Готовность проводить экспертизы предлагаемых проектно-конструкторских решений и новых технологических решений
ПК-6	Способность формулировать технические задания, разрабатывать и использовать средства автоматизации при проектировании и технологической подготовке производства
ПК-7	Способность применять методы анализа вариантов, разработки и поиска компромиссных решений
ПК-8	Способность применять методы создания и анализа моделей, позволяющих прогнозировать свойства и поведение объектов профессиональной деятельности
ПК-9	Способность выбирать серийные и проектировать новые объекты профессиональной деятельности
ПК-10	Способность управлять проектами разработки объектов профессиональной деятельности
ПК-11	Способность осуществлять технико-экономическое обоснование проектов
ПК-12	Способность управлять действующими технологическими процессами, обеспечивающими выпуск продукции, отвечающей требованиям стандартов и рынка

ПК-13	Способность использовать элементы экономического анализа в организации и проведении практической деятельности на предприятии
ПК-14	Способность разрабатывать планы и программы организации инновационной деятельности на предприятии
ПК-15	Готовность управлять программами освоения новой продукции и технологии
ПК-16	Способность разрабатывать эффективную стратегию и формировать активную политику управления с учетом рисков на предприятии
ПК-17	Способность владеть приемами и методами работы с персоналом, методами оценки качества и результативности труда персонала, обеспечения требований безопасности жизнедеятельности
ПК-18	Способность к реализации мероприятий по экологической безопасности предприятий
ПК-19	Способность осуществлять маркетинг объектов профессиональной деятельности
ПК-20	Способность организовать работу по повышению профессионального уровня работников
ПК-21	Способность к реализации различных видов учебной работы
ПК-22	Готовность эксплуатировать, проводить испытания и ремонт технологического оборудования электроэнергетической и электротехнической промышленности
ПК-23	Готовность применять методы и средства автоматизированных систем управления технологическими процессами электроэнергетической и электротехнической промышленности
ПК-24	Способность принимать решения в области электроэнергетики и электротехники с учетом энерго- и ресурсосбережения
ПК-25	Способность разработки планов, программ и методик проведения испытаний электротехнических и электроэнергетических устройств и систем
ПК-26	Способность определять эффективные производственно-технологические режимы работы объектов электроэнергетики и электротехники
ПК-27	Способность к монтажу, регулировке, испытаниям, наладке и сдаче в эксплуатацию электроэнергетического и электротехнического оборудования
ПК-28	Способность к проверке технического состояния и остаточного ресурса оборудования и организации профилактических осмотров и текущего ремонта
ПК-29	Способность к подготовке технической документации на ремонт, к составлению заявок на оборудование и запасные части
ПК-30	Способность к составлению инструкций по эксплуатации оборудования и программ испытаний

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

Институт Энергетический (ЭНИИ)
Направление подготовки 13.04.02 – Электроэнергетика и электротехника
Кафедра Электроснабжение промышленных предприятий (ЭПП)

УТВЕРЖДАЮ:
И. о. зав. кафедрой ЭПП
_____ Сурков М.А.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
5AM5E	Шатрова Ксения Николаевна

Тема работы:

Исследование кристаллической структуры и каталитических свойств ультрадисперсного карбида вольфрама плазмодинамического синтеза	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	13.02.2017 г. № 719/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Параметры импульсного коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) для синтеза кубического карбида вольфрама, экспериментальные данные, литературные данные о методах получения карбидов вольфрама и катализаторах на их основе.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Аналитический обзор литературных данных с целью выяснения достижений мировой науки в рассматриваемой области; определение оптимальных параметров КМПУ для получения кубического карбида вольфрама высокой чистоты; исследование структуры, каталитических и термических свойств синтезированного продукта; экономический анализ проекта; исследование вредных и опасных факторов рабочего места; заключения по работе.
Перечень графического материала	Презентация

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент	Попова С.Н.
Социальная ответственность	Бородин Ю.В.
Иностранный язык	Матухин Д.Л.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Введение	
Экспериментальная часть	
Результаты исследований	
Заключение	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	30.09.2015 г.
---	---------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Сивков Александр Анатольевич	д.т.н., профессор		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
5AM5E	Шатрова Ксения Николаевна		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
5AM5E	Шатрова Ксения Николаевна

Институт	Энергетический	Кафедра	Электроснабжение промышленных предприятий (ЭПП)
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	13.04.02 – Электроэнергетика и электротехника

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Приблизительная стоимость ресурсов научного исследования, в том числе научно-технического оборудования, составляет около 10 млн. руб.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>В соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов» и ГОСТ Р 51541-99 «Энергосбережение. Энергетическая эффективность»</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	<i>Определение концепции проекта, факторов микро- и макросреды, анализ рынка продукта, SWOT-анализ</i>
2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i>	<i>Не разрабатывается</i>
3. <i>Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	<i>Разработка календарного плана, формирование бюджета проекта</i>
4. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	<i>Оценка рисков</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. <i>Матрица SWOT</i>
2. <i>Перечень работ</i>
3. <i>Бюджет проекта</i>
4. <i>Дерево рисков</i>

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Попова Светлана Николаевна	к.э.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
5AM5E	Шатрова Ксения Николаевна		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 143 с., 26 рис., 14 табл., 100 источников, 5 прил.

Ключевые слова: коаксиальный магнитоплазменный ускоритель, кубический карбид вольфрама, каталитические свойства, получение водорода, окисление водорода.

Объектом исследования является кубический карбид вольфрама, полученный прямым плазмодинамическим методом с помощью импульсного коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ).

Цель работы – получение наноразмерного порошка кубического карбида вольфрама высокой чистоты, который можно использовать для развития водородной энергетики.

В процессе исследования проводились эксперименты по получению кубического карбида вольфрама, анализ и обработка полученных данных.

В результате исследования был получен порошок кубического карбида вольфрама высокой чистоты и произведен анализ его каталитических свойств.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: предложен метод получения порошка кубического карбида вольфрама высокой чистоты с помощью КМПУ для применения в водородной энергетике.

Степень внедрения: технология находится на стадии прикладной НИР и нуждается в дальнейшей оптимизации синтеза. После проведения работ по оптимизации и получения лабораторного образца установка будет готова к проведению на ее основе стадии ОКР с целью получения промышленного образца. Экономическая эффективность работы продемонстрирована в главе 4 и основана на высоком спросе на продукт и практическом отсутствии предложения на рынке.

Область применения: кубический карбид вольфрама, полученный прямым плазмодинамическим методом с помощью КМПУ, может быть использован в качестве катализатора в водородной энергетике.

В будущем планируется более подробное исследование каталитической активности катализаторов на основе синтезированного кубического карбида вольфрама.

Оглавление

Введение.....	11
1 Карбид вольфрама и методы его синтеза	14
1.1. Химические методы.....	16
1.1.1 Пиролиз	16
1.1.2 Золь-гель синтез	19
1.1.3 Механохимический синтез.....	20
1.1.4 Плазмохимический синтез	21
2 Физические методы.....	22
Выводы по обзору	23
2 Экспериментальная часть.....	24
2.1 Методика проведения эксперимента.....	24
2.2 Методы исследования продукта плазмодинамического синтеза и его свойств	27
2.3 Подготовка порошка карбида вольфрама, модифицированного платиной..	30
3 Результаты исследований.....	32
3.1 Исследование влияния материала центрального электрода КМПУ на его работу	32
3.3 Синтез кубического карбида вольфрама	37
3.4 Термические исследования продукта синтеза	42
3.5 Анализ существующих катализаторов на основе карбидов вольфрама	49
3.6 Исследование каталитической активности в реакции получения водорода.	57
3.7 Исследование каталитических свойств кубического карбида вольфрама в реакции окисления водорода	62
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	64
4.1 Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ.....	64
4.2 Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок.....	69
Заключение по разделу 4	74

5 Социальная ответственность	75
5.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов	76
5.1.1 Ионизирующее рентгеновское излучение	77
5.1.2 Шум	79
5.1.3 Электромагнитное излучение	81
5.1.4 Освещение.....	83
5.1.5 Микроклимат	87
5.1.6 Электробезопасность	88
5.2 Экологическая безопасность работы	90
5.3 Защита в чрезвычайных ситуациях	91
5.4 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	93
Заключение по разделу 5	96
Заключение	97
Список публикаций студента.....	99
Список использованных источников	105
Приложение А Investigation of crystalline structure and catalytic properties of ultradispersed tungsten carbide produced via plasmodynamic synthesis	116
Приложение Б SWOT-анализ.....	138
Приложение В Сетевой график	139
Приложение Г Бюджет проекта.....	140
Приложение Д Дерево рисков.....	143

Введение

Постепенное истощение углеводородных энергоносителей, а также мировая экологическая обстановка обуславливают повышенный интерес исследователей к поиску новых источников энергии. В настоящее время активно развиваются направления возобновляемых источников энергии и водородная энергетика, причем водород рассматривается как наиболее перспективный энергоноситель, так как он является наиболее распространенным элементом во вселенной и в результате его окисления образуется вода без выделения каких-либо загрязняющих веществ. Кроме того, удельная теплота сгорания водорода в несколько раз выше, чем у угля, природного газа и нефти.

Одним из возможных способов получения водорода является электролиз воды. При этом эффективность получения водорода из воды во многом зависит от вида катализатора, нанесенного на электроды. Наиболее активным и широко применяемым электрокатализатором является платина. Использование благородного металла делает данный метод получения водорода очень дорогостоящим, что затрудняет дальнейшее внедрение водородных технологий в промышленности. Для производства электроэнергии с помощью водородных топливных элементов (ТЭ) с протонообменной мембраной и метанольных ТЭ также применяется платиновый катализатор. Поэтому поиск недорогого и высокоактивного электрокатализатора является актуальной задачей для альтернативной энергетики в целом.

С тех пор как R.V. Levy and M. Boudart [1] теоретически доказали, что карбид вольфрама обладает каталитическими свойствами, аналогичными металлам платиновой группы для некоторых химических реакций, ученые стали активно предпринимать попытки его применения в качестве катализатора для получения и окисления водорода. Однако вскоре выяснилось, что активность карбида вольфрама намного ниже, чем у платины, зато было обнаружено, что даже при добавлении небольшого количества платины к карбиду вольфрама наблюдается синергетический эффект, заключающийся в повышении

каталитической активности по отношению к реакциям окисления и восстановления водорода. Кроме того, карбид вольфрама отличается высокой стабильностью [2, 3] и высокой электронной проводимостью [4], что также является важным для электрокатализаторов.

Известно, что гексагональный карбид вольфрама со стехиометрией WC является доминирующей фазой в системе вольфрам-углерод. Тем не менее, существуют еще две менее распространенные фазы W_2C и WC_{1-x} , причем кубическая фаза WC_{1-x} отличается узким диапазоном температурной стабильности от ~ 2790 К до ~ 3060 К, что делает ее наиболее трудной для получения в сравнении с гексагональными модификациями WC и W_2C .

Согласно теоретическому анализу, плотность состояний вблизи уровней Ферми фазы WC_{1-x} в 2 раза больше, чем у W_2C и в 6 раз больше, чем у WC [5]. Это дает основания предполагать, что WC_{1-x} может быть наиболее активным катализатором среди указанных трех фаз карбида вольфрама [6]. В связи с этим кубический карбид вольфрама WC_{1-x} в настоящее время является объектом активных исследований. Zhang и др. [7] полагают, что кубическая фаза может существовать при комнатной температуре при ультрабыстром охлаждении расплава карбида вольфрама со скоростью 10^8 - 10^{11} К/с. Поэтому одним из перспективных методов получения WC_{1-x} является плазмодинамический синтез [8], который позволяет обеспечить нагрев до высокой температуры и ультрабыстрое охлаждение.

Таким образом, объектом данного исследования является кубический карбид вольфрама, полученный прямым плазмодинамическим методом с помощью импульсного коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ).

Цель данной работы – получение наноразмерного порошка кубического карбида вольфрама высокой чистоты, который можно использовать для развития водородной энергетики.

Объектом исследования является технология плазмодинамического синтеза карбида вольфрама в гиперскоростной струе вольфрам-углеродной

плазмы, а предметом исследования – структура и каталитические свойства продукта синтеза.

Поставленные задачи:

- синтез порошка кубического карбида вольфрама с использованием КМПУ;
- исследование состава и морфологии полученного порошка;
- изучение электрокаталитических свойств синтезированного материала.

Результаты работы были апробированы на 12 конференциях различных уровней и опубликованы 12 статей в журналах индексируемых в базах ВАК, Web of Science и Scopus.

1 Карбид вольфрама и методы его синтеза

Согласно фазовой диаграмме W–C, в условиях равновесия область существования кубического карбида вольфрама очень широка по составу (от $WC_{0,58-0,59}$ до $WC_{1,00}$) и очень узка по температуре от ~ 2790 К до ~ 3060 К [9]. На фазовой диаграмме W–C красным цветом выделена область существования кубической модификации карбида вольфрама (рисунок 1).

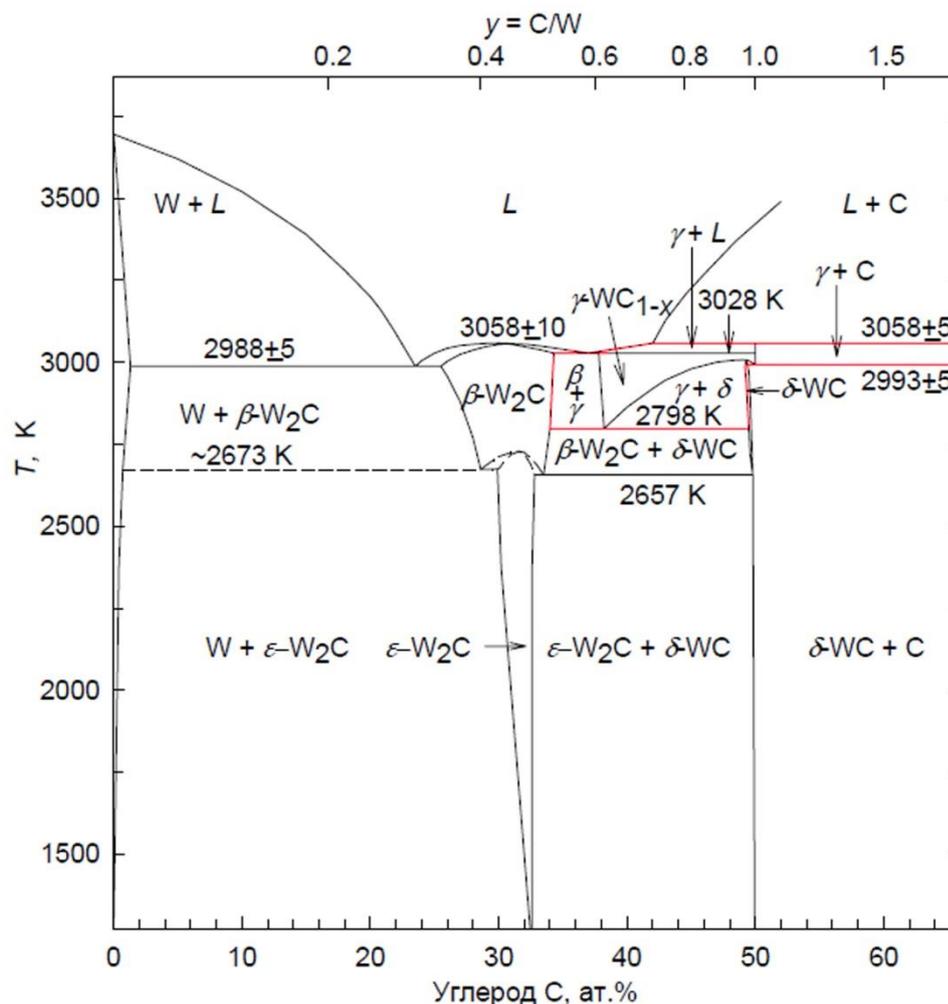


Рисунок 1 – Диаграмма состояний вольфрам-углерод

В связи с узким температурным диапазоном синтеза данной фазы карбида вольфрама промышленными методами получения карбидов вольфрама невозможен. Однако, как уже отмечалось ранее, кубическая фаза карбида вольфрама, стабильная при комнатной температуре, может быть получена путем закалки из расплава W–C при скорости охлаждения 10^8 - 10^{11} К/с, которая необходима для формирования кубической решетки [7].

Как известно, все способы получения нано- и ультрадисперсных материалов можно разделить на две большие группы по типу формирования наноструктур: подход «сверху вниз» (bottom-up) характеризуется ростом наночастиц или сборкой наночастиц из отдельных атомов; а методы, относящиеся к группе «снизу вверх» (top-down), основаны на “дроблении” частиц до наноразмеров.

Другие классификации являются очень условными и предполагают деление методов синтеза по способу получения и стабилизации наночастиц [10-12]. Согласно таким классификациям способы синтеза наночастиц подразделяют на химические и физические, а иногда выделяют еще и механические.

К чисто химическим методам можно отнести такие способы получения, в которых наночастицы образуются из прекурсоров, не подвергающихся сильным воздействиям, например, испарению. Примерами химических методов являются золь-гель синтез, химическое осаждение, удаление одного из компонентов гетерогенной системы. Особое место занимают способы, где наночастицы образуются в результате различных «физических» воздействий, например, ультразвука или микроволн.

Однако четкой границы между этими группами методов не существует, так как все методы представляют собой уникальные технологии и зачастую являются комбинированными, поэтому могут быть отнесены к нескольким классам одновременно. Тем не менее, попробуем классифицировать различные методы получения гексагональных и кубической фаз карбида вольфрама в нано- и ультрадисперсных состояниях следующим образом:

- 1) химические методы:
 - 1.1) пиролиз;
 - 1.2) золь-гель синтез;
 - 1.3) механохимический синтез;
 - 1.4) плазмохимический синтез.
- 2) физические методы.

1.1. Химические методы

1.1.1 Пиролиз

Большинство методов синтеза карбидов вольфрама можно отнести к пиролизу. Для получения нанокристаллических порошков металлов и их соединений с данным методом в качестве исходных реагентов используют элементо- и металлоорганические соединения, полимеры, гидроксиды, карбонилы, формиаты, нитраты и другие соединения металлов. При нагреве до определенной температуры данные вещества разлагаются с образованием наночастиц и газообразных продуктов. Высокодисперсные металлические порошки синтезируют термическим разложением солей. Также широко используется термическое разложение, совмещенное с восстановлением. Достоинствами пиролиза являются невысокое содержание примесей и узкое распределение частиц по размерам.

Авторы работ [13, 14] получили карбиды вольфрама различных кристаллографических модификаций и их прекурсоры из оксида вольфрама WO_3 . Для формирования карбида вольфрама WC порошок WO_3 загружали в кварцевый трубчатый реактор, в котором поддерживалась науглероживающая атмосфера, состоящая из 20% CH_4 и 80% H_2 . Для получения W_2C карбонизация проводилась в атмосфере 10% C_2H_5 и 90 % H_2 . Температура синтеза достигала определенного уровня (900-1173 К) и поддерживалась в течение необходимого периода времени. Нитрид вольфрама W_2N был получен путем температурно-программируемого азотирования WO_3 в потоке NH_3 . Затем W_2N использовался для получения WC по описанной выше методике. WS_2 был синтезирован в ходе реакции WO_3 с H_2S при температуре 1023 К с последующей карбонизацией, аналогичной для W_2N .

Наночастицы карбида вольфрама были получены при нагревании в трубчатой печи смеси измельченных порошков оксида вольфрама, сажи, хлорида калия и никеля до 1300 °С в атмосфере аргона в течение 2 ч с последующим промыванием раствором HCl и сушкой [15].

В работе [16] карбид вольфрама был получен следующим образом. Поликристаллическую вольфрамовую фольгу очищали в ацетоне для удаления примесей, а затем промывали в растворе гидроксида натрия, чтобы устранить поверхностные оксиды вольфрама. Далее вольфрамовая фольга подвергалась карбонизации при 1000 °С в течение 1 ч в среде CH_4/H_2 для получения тонкой пленки WC на вольфрамовой подложке.

Ch. Ma, J. Sheng at al. подготовили мезопористый катализатор, на основе карбида вольфрама WC. Для этого метавольфрамат аммония растворяли в деионизованной воде с образованием водного раствора, который затем высушивали в эксикаторе при перемешивании магнитной мешалкой. Таким образом, был получен порошок прекурсора, который очищался в печи в атмосфере метана и водорода и охлаждался до образования порошка WC [17].

Авторы работы [18] получили карбид вольфрама, легированный кобальтом и азотом. Сажу Vulcan XC-72 растворяли в изопропанолу и добавляли к ней раствор гидрохлорид анилина. Полученную смесь обрабатывали в магнитной мешалке, добавляя растворы, содержащие хлорид кобальта и хлорид вольфрама. Затем образовавшаяся смесь выпаривалась досуха. Полученный таким образом порошкообразный образец катализатора подвергали термической обработке. Температуру образца повышали от комнатной до 800 °С с последующей выдержкой в течение одного часа, пропуская при этом через печь газ N_2 .

Наноконпозиты карбида вольфрама (WC) и WC:nC были синтезированы с помощью термической обработки смеси $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и глицерина в инертной газовой атмосфере при температуре 1050-1100 °С [19]. Было обнаружено, что путем изменения количества химически активного углерода в исходных реагентах можно получать как однофазные материалы (WC), так и композиты (WC:nC) с размерами частиц карбида вольфрама 5-60 нм. Нагревание исходных материалов до 1100 °С при соотношении W/C = 1/6 в атмосфере гелия приводит к образованию наночастиц карбида вольфрама, инкапсулированных

углеродом. Увеличение скорости нагрева приводит к образованию цепочечных структур.

J. Gao et al. предложили двухступенчатую методику, состоящую из предварительной гидротермальной обработки и науглероживания, получения мезопористых нанослоев карбида вольфрама [20]. В результате гидротермальной реакции из дигидрата вольфрамата натрия ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) был получен дигидрат оксида вольфрама ($\text{WO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Затем после карбонизации $\text{WO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в потоке смеси H_2 и CH_4 (2:3) при температурах 700 – 850 °С были получены образцы карбида вольфрама. Преимущество этого способа состоит в том, что за счет изменения температуры восстановления при науглероживании можно влиять на морфологию и кристаллическую структуру нанослоев карбида вольфрама.

В данной работе [21] была получена углеродная матрица, покрытая частицами WC ($\text{WC}@C$), путем сольвотермальных реакций из оксида вольфрама (WO_3) и ацетона ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$). Для синтеза углеродной подложки с внедренными наночастицами WC ($\text{WC}@C$) в герметизированном автоклаве смешивали WO_3 , Mg (в качестве восстановителя) и ацетон и помещали внутрь печи, повышая температуру от комнатной до требуемой (500 °С, 600 °С, 700 °С и 800 °С) и выдерживая при этой температуре в течение 10 часов. Полученный продукт собирали и промывали раствором HCl, дистиллированной водой и ацетоном, а затем высушивали.

Полипористый композитный материал, состоящий из нанокристаллического карбида вольфрама WC_{1-x} , равномерно распределенного в углеродной подложке ($\text{C}@WC_{1-x}$), был получен следующим методом. Раствор, состоящий из метавольфрамата аммония, сахарозы, MCM-41 (W:C:Si = 1:1:1) и деионизированной воды, перемешивали при комнатной температуре в течение 48 ч и высушивали при 70 °С. После этого получившуюся смесь измельчали в этиловом спирте в шаровой мельнице при 400 об/мин в течение 8 ч для образования прекурсора. Затем прекурсор карбонизировали в потоке газов CH_4/H_2 при 800 °С в течение 2 ч. После этого полученный полипористый

композитный материал $C@WC_{1-x}$ перемешивали с водным раствором HF в течение 12 ч с целью удаления кремния [22].

В работе [23] карбид вольфрама WC был синтезирован из оксида вольфрама WO_3 , который был предварительно обезвожен при $400\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 ч в атмосфере N_2 или Ar. Затем порошок WO_3 смешивали с щавелевой кислотой и NH_4Cl в массовом соотношении 4:2:1. Синтез проводили при температуре $800\text{ }^\circ\text{C}$ в атмосфере CO в трубчатой печи. После науглероживания продукт охлаждали до комнатной температуры в атмосфере аргона или азота [24].

D.J. Nam, R. Ganesan and J.S. Lee синтезировали микросферические частицы карбида вольфрама W_2C путем дефлегмирования смеси, состоящей из метавольфрамата аммония, резорцин-формальдегидного полимера и воды, с последующим нагреванием до 1173 K и выдержкой в потоке аргона в течение 1 ч, а затем – водорода в течение 2 ч [25].

1.1.2 Золь-гель синтез

Одним из наиболее распространенным методом получения фаз карбида вольфрама является золь-гель синтез.

Традиционно под термином «золь-гель метод» понимают совокупность стадий, включающих приготовление раствора прекурсора, последовательный перевод его сначала в золь, а затем в гель за счет процессов гидролиза и конденсации, последующую старение, высушивание и термообработку продукта. Однако, в последнее время этот термин часто используется для обозначения процессов, в которых отсутствует одна из этих стадий.

Zh. Chen, M. Qin et al. провели серию экспериментов по получению композитных материалов, состоящих из карбида вольфрама WC_x и углерода C методом сжигания с последующим карботермическим восстановлением [26]. Из смеси метавольфрамата аммония $((NH)_6W_7O_{24}\cdot 6H_2O)$, мочевины $(CO(NH_2)_2)$, нитрата аммония (NH_4NO_3) , глюкозы $(C_6H_{12}O_6)$ и деионизированной воды

выпаривали воду до образования геля и сжигали, а затем производили карбонизацию в потоке аргона.

В работе [27] предложен следующий метод получения наночастиц карбида вольфрама. Сначала были получены наночастицы WO_3 путем растворения 5 г порошка W в смеси 50 мл 30%-ного раствора H_2O_2 , 5 мл 2-пропанола и 10 мл H_2O . Подготовленные частицы WO_3 центрифугировали и просушивали при 80 °С. Затем 2 г формальдегида и 1,32 г резорцинола растворяли в 9,6 мл H_2O и добавляли 0,0132 г Na_2CO_3 , 2,46 г порошка WO_3 . Полученную суспензию энергично перемешивали при 50 °С в течение суток, а затем – еще трое суток при 85 °С. Образовавшийся гель высушивали вымораживанием в течение 12 ч. Полученное твердое вещество обрабатывали в потоке Ar при 900 °С в течение 1 ч.

1.1.3 Механохимический синтез

В последние годы было проведено большое количество исследований [28-30], направленных на получение WC механическим измельчением или механическим сплавлением, используя различные подходы: науглероживание вольфрамового порошка сажей или графитом; создание гомогенной смеси оксида вольфрама и углерода с последующим восстановлением в печи при высокой температуре; измельчение в высокоэнергетических мельницах карбида вольфрама, полученного химическим методом.

Использование механического сплавления для преобразования оксида вольфрама в карбид вольфрама является сложным процессом из-за необходимости в высокой температуре.

Gao Y. et al. [31] синтезировали наноразмерный композиционный порошок WC-Co со средним размером частиц 82 нм из оксида вольфрама ($WO_{2,9}$), оксида кобальта (Co_3O_4) и сажи путем их перемалывания в течение 50 часов. Размельченную порошкообразную смесь помещали в вакуумную печь и

нагревали при 850 °С в течение 1 ч для проведения реакций восстановления и карбонизации.

Решением проблемы необходимости в высокой температурой является использование мельницы, способной вырабатывать большие количества энергии для получения карбида вольфрама непосредственно из оксида без других технологических операций.

В работе [32] было изучено получение карбида вольфрама путем карбонизации оксида вольфрама одноэтапным методом механического сплавления. Механическая обработка смеси оксида вольфрама с размером частиц 100 мкм и углеродного порошка с размером частиц 25 нм производилась в планетарной шаровой мельнице в воздушной атмосфере. Исследования показали, что полное науглероживание оксида вольфрама было достигнуто после 30 ч размолла. Средний размер частиц синтезированного WC составил $6,73 \pm 0,62$ мкм.

1.1.4 Плазмохимический синтез

Как известно, в настоящее время плазменные технологии, использующие метод газофазной реакции, все чаще применяются для приготовления наноразмерных порошков. Это обусловлено тем, что термический плазменный процесс обеспечивает высокую скорость протекания процесса синтеза, а также ряд других важных преимуществ в отношении синтеза наноразмерных порошков, таких как высокие температура, скорость охлаждения при закалке для формирования нано- и ультрадисперсных порошков, а также возможность широкого выбора реагентов [33-35].

Например, авторы работы [36] предлагают двухэтапный метод экономичного производства нанопорошка карбида вольфрама с размером частиц менее 70 нм. На первом этапе производится плазменное восстановление смеси оксида вольфрама и углерода до образования порошка, содержащего фазы W, WO₂, W₁₈O₄₉ и W₂C. Полное науглероживание до карбидов вольфрама было

достигнуто после нагревания порошка, полученного плазменным методом, до температуры 1000 °С в атмосфере водорода в течение 1 ч.

Мультикарбидные смеси, состоящие в основном из кристаллических WC_{1-x} и W_2C , были получены в струе плазмы постоянного тока из оксида вольфрама [37]. После отжига в атмосфере водорода при 1173-1423 К такие смеси переходят в однофазный нанопорошок WC со средним размером частиц 50-60 нм.

В работе [38] были получены нановолокна карбида вольфрама на нанокристаллической алмазной подложке путем воздействия водородной плазмы постоянного тока с использованием предварительно карбонизированного вольфрамового катода. Было обнаружено, что наноструктура сильно зависит от температуры подложки и катода: нанозернистая поликристаллическая пленка сформировалась при температуре (800 °С), а отдельные нановолокна карбида вольфрама образуются при более низкой температуре (600 °С).

2 Физические методы

Метод сверхвысокочастотного облучения (СВЧ) широко используется как при синтезе органических, так и неорганических наночастиц [39, 40].

Lu J.L. et al. предложили СВЧ-метод получения наноструктурированного композитного материала, состоящего из карбида вольфрама и углерода (WC/C_x) [41], который может быть использован в качестве подложки для платинового катализатора. Для этого 5 г глюкозы и 0,263 г Pluronic P123 растворяли в 60 мл деионизированной воды и перемешивали в магнитной мешалке при комнатной температуре в течение 30 мин. Затем доводили значение pH вышеупомянутой смеси до 1 путем добавления раствора HCl. После этого добавляли метавольфрамат аммония. Полученную смесь полностью высушивали при температуре 80 °С и измельчали до образования мелкодисперсных порошков.

Эти порошки нагревали в микроволновой печи до 1000 °С в атмосфере азота и выдерживали в течение 30 мин, а затем охлаждали до комнатной температуры.

В работе [42] были получены катализаторы на основе карбида вольфрама методом прерывистого микроволнового нагрева. Метавольфрамат аммония (3,7 г), 10 мл дистиллированной деионизированной воды и 10 мл изопропилового спирта перемешивали магнитной мешалкой. Затем в качестве вспомогательного материала в смесь добавляли углерод XC-72R (2,5 г) и перемешивали до образования однородных чернил. После засыхания чернил при нагревании до 80 °С их дополнительно нагревали в самодельной микроволновой печи с программным управлением (2000 Вт; 2,45 ГГц) с периодическими включениями и отключениями печи. В результате были получены высокодисперсные порошки WC/C.

Выводы по обзору

Таким образом, согласно литературному обзору в последние годы предлагаются многочисленные методы синтеза карбидов вольфрама из различных исходных реагентов. Однако стоит отметить, что способы получения кубической фазы карбида вольфрама представлены только в некоторых работах [6, 22, 31]. Кроме того, практически все методы представляют собой многостадийные технологии, требующие большого количества времени для получения нано- и ультрадисперсных порошков.

В данной работе для синтеза кубической фазы карбида вольфрама выбран плазмодинамический метод, отличительными особенностями которого являются высокое быстродействие (время рабочего цикла менее 1 мс), возможность использования недорогих прекурсоров, отсутствие необходимости дополнительной очистки продукта, экологичность. Более того, плазмодинамический синтез позволяет получить порошок кубического карбида вольфрама высокой степени чистоты за счет высоких скоростей охлаждения [7].

2.2 Методы исследования продукта плазмодинамического синтеза и его свойств

Полученный порошкообразный продукт анализировался без какой-либо предварительной подготовки известными методами с использованием современной аппаратуры.

Рентгеновская дифрактометрия (XRD) проведена с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD7000 (CuK α -излучение, $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) с графитовым монохроматором Shimadzu CM-3121 при шаге 0,02 град и выдержке 1 с. Качественный рентгенофазовый анализ проводился с использованием базы структурных данных PDF2+. Рентгеновский количественный фазовый анализ был проведен с помощью метода градуировочной кривой [44]. Для этого экспериментально были получены рентгеновские дифрактограммы специально подготовленных образцов: первый тип образцов представлял собой смеси WC и C с различными заранее известными массовыми соотношениями, второй тип – смеси WC и W. На основании данных рентгенограмм были получены зависимости между массовыми соотношениями фаз $m(\text{WC})/m(\text{C})$ и $m(\text{WC})/m(\text{W})$ и соотношениями интенсивностей основных максимумов этих же фаз. По полученным таким образом градуировочным кривым определялось соотношение фаз в продукте синтеза.

Спектроскопии комбинационного рассеяния (рамановская спектроскопия) выполнена с использованием системы T6400-Raman с длиной волны возбуждения $\lambda = 532 \text{ нм}$. Все исследования проводились при мощности лазера 10 мВт и времени экспозиции 120 с.

Процесс окисления был изучен с помощью дифференциального термического и термогравиметрического анализов (ДТА-ТГ) на термоанализаторе SDTQ600 путем нагревания на воздухе в интервале температур от 50° C до 1000° C со скоростью 10 °C/мин. Отжиг полученных

порошков в воздухе проводили в печи при скорости нагрева 10 °С/мин и естественном охлаждении.

Термообработка в вакууме проводилась при скорости нагрева 100 °С/мин с использованием системы искрового плазменного спекания Advanced Technologies SPS-10. Время выдержки составляло 15 мин. Скорость охлаждения определялась параметрами водного охладительного контура и составляла около 50 °С/мин.

Просвечивающая электронная микроскопия (ТЕМ) выполнена с использованием микроскопа JEOL JEM 2200 F с ускоряющим напряжением до 200 кВ. Для расшифровки картины электронной микродифракции на выделенных областях применялся золотой эталонный образец.

Сканирующая электронная микроскопия (SEM) производилась на растровом микроскопе Jeol JSM 7500F.

Измерение нанотвердости проводилось при помощи нанотвердомера «NANO Hardness Tester NHT-S-AX-000X». Нагрузка на индентор составляла 30 мН.

Электрокаталитические свойства исследовались известным методом трех электродов [6, 45, 46] с использованием электрохимического анализатора Potentiostat CHI760e (CH Instruments). Данный метод заключается в использовании трех электродов, помещаемых в предварительно выбранный раствор, к которым подключаются каналы регистрации от электрохимического анализатора. Используемый анализатор включал в себя три электрода: WE (working electrode) – рабочий электрод, на который наносился исследуемый материал; RE (reference electrode) – эталонный электрод, состоящий из Ag/AgCl; CE (counter electrode) – контрэлектрод, который представлял собой платиновую нить (рисунок 4). После этого в программной среде анализатора выбирался необходимый режим, в котором задавались режимные параметры. Далее на электроды подавалось напряжение, а прибор регистрировал протекающий в жидкой среде ток. По величине данного тока и определялась каталитическая активность образцов.

Для проведения электрокаталитических исследований по получению водорода первоначально было необходимо подготовить рабочий электрод путем нанесения на его поверхность полученного порошка карбида вольфрама, модифицированного платиной. Для этого рабочий стеклоуглеродный (glassy carbon) электрод отполировали с помощью пасты Al_2O_3 (500 нм) и промыли в деионизированной воде. Смесь из подготовленного катализатора (20 мг) диспергировали в 5 мл этанола. Полученные чернила, содержащие катализатор, наносились пипеткой на стеклоуглеродный электрод диаметром 3 мм. После сушки на воздухе 5 мл 5 %-ного Nafion дополнительно наносилось на поверхность электрода, чтобы защитить катализатор от повреждения в рабочем растворе. Затем рабочий электрод был высушен на воздухе. Все три электрода помещались в раствор H_2SO_4 (0,5 М).

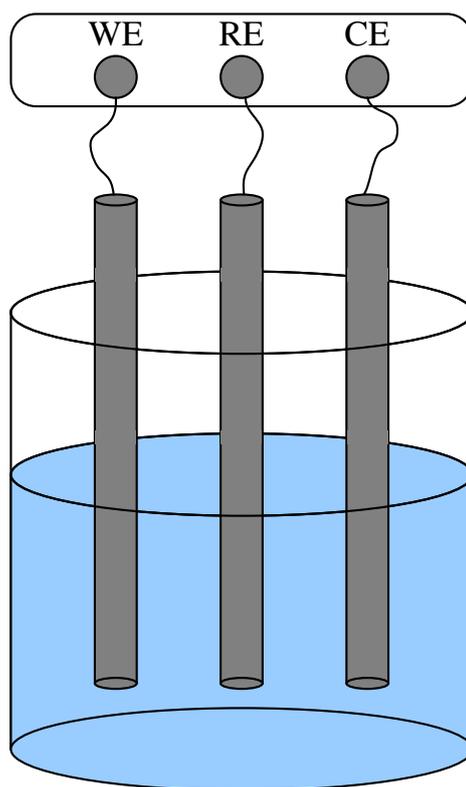


Рисунок 4 – Схема электрохимического анализатора:

WE (working electrode) – рабочий электрод; RE (reference electrode) – эталонный электрод; CE (counter electrode) – контрэлектрод

Диапазон съемки, выбираемый в программном обеспечении потенциометра, рассчитывался в соответствии с уравнением:

$$E_{Ag/AgCl} = E_{RHE} - 0,059 \cdot pH - 0,1976,$$

где $E_{Ag/AgCl}$ – рабочий диапазон съёмки при данном типе эталонного электрода;

E_{RHE} – рабочий диапазон съёмки при идеальном случае использования эталонного водородного электрода;

pH – водородный показатель раствора.

Воспользовавшись данным уравнением, был определен необходимый диапазон съёмки как для реакции получения водорода, так и для реакции окисления водорода. Таким образом, рабочий диапазон съёмки в реакции получения водорода был равен (-0,4 – 0,0) В, а для реакции окисления водорода – (0,0 – 1,4) В.

Для исследования электрокаталитической активности кубического карбида вольфрама в реакции окисления водорода аналогичным образом был подготовлен рабочий электрод, на который был нанесен раствор, состоящий из 10 мг синтезированного порошка и 5 мл деионизированной воды. Сверху данный раствор также покрывался мл 5 %-ным раствором Nafion. Данные исследования проводились в растворе метанола CH_3OH (0,5 М).

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В рамках данной ВКР рассматриваются научно-технические основы разработки плазмодинамического способа синтеза нанодисперсного кубического карбида вольфрама. Карбид вольфрама в нано- и нанодисперсном состояниях является материалом, сочетающим в себе целый спектр разнообразных физических и химических свойств. Например, катализатор на основе кубического карбида вольфрама может применяться в водородной энергетике как для получения водорода, так и для генерирования электричества с помощью водородных топливных элементов. Кроме того, карбид вольфрама широко известен как сверхтвердый материал, из которого изготавливают различного рода режущие инструменты, сверла, долота для бурения и т.п.

Целью данного раздела является оценка коммерческого и инновационного потенциала научно-технического исследования (НТИ), планирование процесса управления НТИ, определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности.

4.1 Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ

Для реализации производства кубического карбида вольфрама необходимо реализовать спектр задач, связанных с научными, техническими и экономическими проблемами. Основные решаемые в данном проекте задачи указаны на рисунке 23. Две первые задачи, приведенные на рисунке, относятся к этапу НИР проекта, поскольку эти проблемы связаны с получением опытного образца продукции. На данной стадии основная роль отведена ученым-разработчикам. Затем идут две задачи, которые по той же стандартной методике являются принадлежащими к классу ОКР. На таком этапе участие ученых уменьшается и возрастает участие в проекте инженеров, призванных изготовить серийный образец продукции. Если получен серийный образец, то проект

нуждается в коммерциализации. Эту задачу необходимо решить с помощью привлечения предпринимателей и менеджеров.

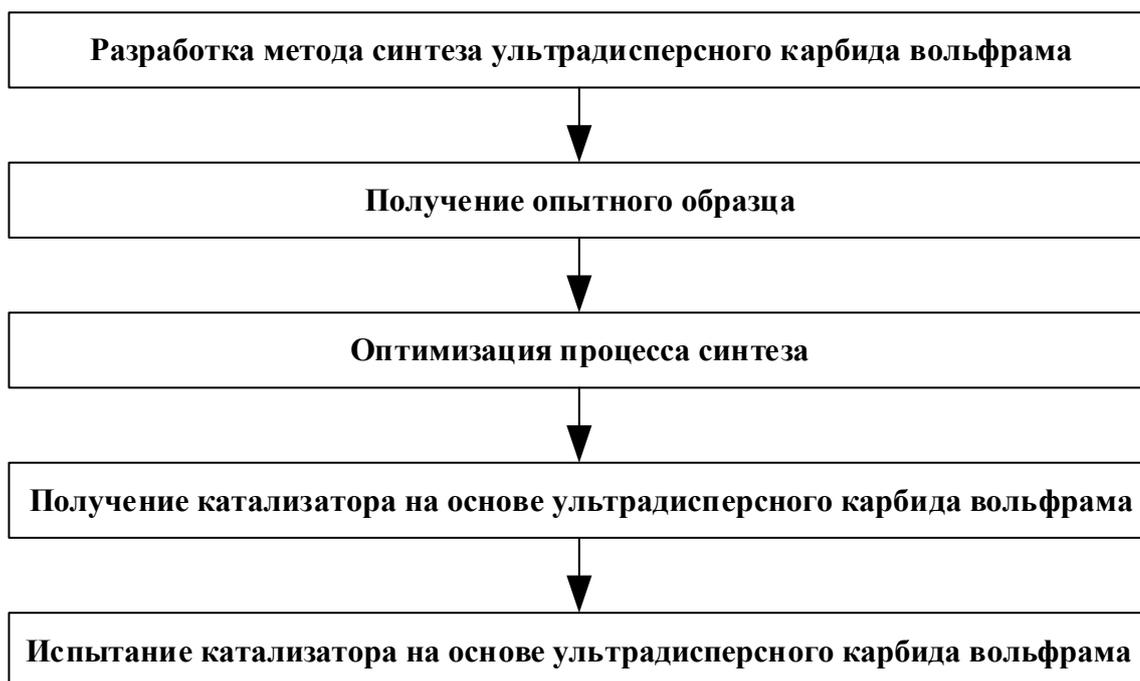


Рисунок 23 – Дерево целей

Задачи проекта решаются на базе оборудования, находящегося в 8 корпусе ТПУ. Главным объектом развития и оптимизации технологии является экспериментальная установка – коаксиальный магнитоплазменный ускоритель с емкостным накопителем энергии. Данная система предназначена для получения нано- и ультрадисперсных порошков различных составов. В настоящий момент для настоящего проекта завершена стадия НИР, получен опытный образец, необходимо начать этап ОКР.

Конкурентные преимущества плазмодинамического метода синтеза и искрового плазменного спекания состоят в следующем:

- 1) метод является одностадийным (не требует пробоподготовки прекурсоров и последующей очистки продукта синтеза);
- 2) метод отличается быстродействием (время рабочего цикла менее 1 мс);
- 3) при работе отсутствуют вредные выбросы;
- 4) метод имеет высокую производительность при низких энергозатратах порядка 100 кВт·час/кг;
- 5) реагенты являются самыми распространенными элементами на Земле.

Рассмотрим факторы микросреды, к которым относятся анализ поставщиков, потенциальных покупателей, конкурентов и контактной аудитории. Поставщиками материалов для реализации производства являются следующие компании:

– ООО ПКФ «Графит Гарант Сервис», г. Челябинск – поставка графита для изготовления электродов.

– ООО «ГВС», г. Томск – поставка аргона, используемого в качестве газовой среды в рабочей камере.

– ООО «Промметалл», г. Томск – поставка металлических элементов для изготовления деталей и частей магнитоплазменного ускорителя.

Несмотря на то, что на сегодняшний день как на российском, так и на международном рынке отсутствуют полноценные производственные мощности и электрокатализаторы, не содержащие платину, для водородной энергетики получают только в лабораторных условиях, спрос на этот материал постоянно растет и следующие фирмы могут быть заинтересованы в приобретении технологии или самого продукта:

– «РосНАНО» (Россия) – производство нанодисперсных порошков.

– «ITM Power Plc» (Британия) – получение водорода.

– «Thermo Fisher Scientific» (Германия) – ведущий производитель и поставщик химических веществ, металлов и медико-биологических продуктов для научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ (НИОКР).

Следует отметить, что в связи с отсутствием производственного рынка и рынка сбыта для данных материалов прямые конкуренты нет. Однако, ввиду большой перспективности данных соединений повышенный интерес к ним проявляют китайские и американские научные институты, которые на данный момент являются лидерами в области синтеза данных соединений.

Отметим факторы макросреды, влияющие на реализацию проекта:

– Политические. Отсутствие государственных программ по поддержке предприятий в области производства нанопорошков.

– Социально-культурные. Отсутствует просвещенность населения и

отечественных фирм-потребителей в области нанотехнологий.

– Международные. Затрудненность взаимодействия с зарубежными потребителями и выхода на международный рынок.

– Научно-технические. Возможность финансовой поддержки со стороны государства и частных лиц (гранты, проекты и др.).

Значимым инструментом маркетингового исследования является SWOT-анализ – это акроним слов Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы). Внутренняя обстановка фирмы отражается в основном в сильных и слабых сторонах, а внешняя – в возможностях и угрозах. SWOT-анализ является одним из этапов разработки маркетинговой стратегии. Методология SWOT-анализа предполагает, во-первых, выявление внутренних сильных и слабых сторон фирмы, а также внешних возможностей и угроз, и, во-вторых, установление связей между ними. Сводные данные SWOT-анализа представлены в таблице Б.1. В процессе анализа выявлено следующее.

– Конкурентные активы. Использование сильных сторон для освоения рыночных возможностей (S-O). Метод синтеза характеризуется такими важными конкурентными преимуществами, как быстрое действие, энергоэффективность, экологическая безопасность, низкая себестоимость, которые способны привлечь инвесторов для выполнения ОКР и коммерциализации проекта, выхода на российский и мировой рынок. Учитывая эти преимущества и инновационный характер разработки, можно надеяться на государственную поддержку проекта.

– Конкурентные пассивы. Преодоление слабых сторон для нивелирования угроз (W-T). Наиболее значимыми недостатками проекта являются отсутствие в составе проектной команды маркетинговиков и экономистов и, как следствие, отсутствие стратегии развития, неизвестная торговая марка, отсутствие автоматизированной производственной линии и поэтому малые объемы получаемой продукции в настоящее время. Если в ходе развития проекта команда будет укомплектована высококвалифицированными экономистами, то это позволит провести тщательные исследования мирового и российского

рынков и попытаться выработать стратегию развития компании. Наличие правильной стратегии позволит нивелировать угрозу отсутствия рынка.

– Узкие места. Преодоление слабых сторон для освоения возможностей (W-O). Преодоление недостатков, связанных с отсутствием в команде экономистов и маркетологов и с недостаточно высокими объемами выпуска продукции, откроет возможности для освоения и развития рынка нанодисперсного карбида вольфрама.

– Безопасность и защита. Использование сильных сторон для нивелирования угроз (S-T). Такие преимущества, как большой опыт работы высококвалифицированной команды проекта, сплоченный коллектив, помогут добиться успешного выполнения опытно-конструкторских работ и создания автоматизированной установки, что позволит нивелировать угрозы неразвитости рынка.

Из полученных стратегических альтернатив необходимо выбрать те, которые будут обладать наибольшей силой, весом:

– Приоритеты угроз – сопоставление угроз с преимуществами и рыночными возможностями. Рынок производства и сбыта отсутствует, внимание потенциальных компаний-покупателей и СМИ невысоко в области нанотехнологий, поэтому в ходе реализации проекта придется столкнуться с проблемами, характерными для первопроходцев рынка. Однако, учитывая уникальные физические свойства нанокарбида вольфрама и преимущества метода синтеза, а также наличие высококвалифицированного состава проектной команды, можно назвать угрозы вполне преодолимыми.

– Приоритеты развития – немедленное улучшение слабых мест, сопоставление недостатков с преимуществами и рыночными возможностями. Наиболее существенными недостатками, которые необходимо разрешить в ходе реализации проекта являются проблемы, связанные с отсутствием в команде экономистов и маркетологов, и малый объем производства. При этом имеется высокая возможность создания собственного рынка и установления собственных «правил игры». Такие возможности могут заинтересовать специалистов по

экономике и маркетингу.

Таким образом, в ходе SWOT-анализа удалось выявить наиболее важные проблемы, которые необходимо разрешить в процессе выполнения проекта: повышение объемов производства нанодисперсного карбида вольфрама за счет создания автоматизированной установки и привлечение в команду высококвалифицированных экономистов и маркетологов.

4.2 Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок

Исходя из SWOT-анализа, стратегия развития состоит из двух сторон: осуществление на базе завершенной НИР этапа ОКР, связанного с созданием опытной производственной линии; параллельная подготовка к стадии коммерциализации проекта, т.е. к осуществлению первых продаж продукта.

Разработаем календарный план проекта. Для построения сетевого графика приведем перечень работ (таблица 3). При помощи этой таблицы построим сетевой график (рисунок В.1).

Разработаем производственный план проекта. Предлагаемый проект является инновационным, т.е. в его основе имеется принципиально новая идея, внедрение которой является потенциально коммерциализируемой. Выполнение опытно-конструкторских работ предполагается на базе лаборатории магнитоплазменных технологий ТПУ. Наиболее оптимальный вариант – создание малого инновационного предприятия. Основными преимуществами такого вида коммерческой деятельности являются более быстрая адаптация к требованиям рынка, гибкость управления и оперативность в выполнении принимаемых решений, низкая потребность в первоначальном капитале и прочее. Однако в данном проекте необходимо учесть вариант реализации, в том числе и при использовании собственных основных фондов. Расчетный бюджет проекта при таком способе реализации приведен ниже в таблице Г.1.

Таким образом, потребность в инвестициях составляет 20 927 000 рублей.

Финансирование проекта возможно на средства частных инвесторов – бизнес-ангелов, либо из средств венчурных фондов (в том числе, РВК – российской венчурной компании).

Таблица 3 – Перечень работ

	Наименование работ	Срок, дн.	Исполнители, чел.	Стоимость, тыс.р./дн.	Σ , тыс.р.
A	Исследование рынка	7	3	1,5	10,5
B	Модернизация технологической установки	30	10	10	300
C	Составление бизнес-плана	4	2	2	8
D	Работа с инвесторами	14	1	2	28
E	Регистрация предприятия	9	2		15
F	Поиск дополнительного персонала	7	1	1	7
G	Поиск поставщиков оборудования	10	2	2	20
H	Расширение производственного помещения	14	2		6000
I	Рекламная кампания	120	2		2300
J	Наем дополнительного персонала	3	1	0,5	1,5
K	Закупка оборудования	45	1		10000
L	Отделка помещения	15	15		400
M	Монтаж оборудования	30	20	30	900
N	Акт сдачи – приема	3	1		2
O	Отладка системы	12	4	4	48
P	Исследование и анализ продукта	20	5		150
Q	Автоматизация системы	15	10	10	150
R	Выход на производственные мощности	30	15	15	450
S	Поиск покупателей	30	2	1	30
T	Заключение договоров	7	2	1	7
	Итого:				20827

Произведем оценку рисков. Определение рисков является одним из важнейших моментов при создании проекта. Учет рисков поможет при реализации проекта избежать опасных факторов, негативно отражающихся на внедрении в жизнь проекта. С целью классификации рисков в первую очередь составляется древо рисков, изображенное на рисунке Д.1.

Далее производится оценка важности рисков. При оценке важности рисков оценивается вероятность их наступления (P_i). По шкале от 0 до 100 процентов: 100 – наступит точно, 75 – скорее всего наступит, 50 – ситуация неопределенности, 25 – риск скорее всего не наступит, 0 – риск не наступит. Оценка важности риска оценивается весовым коэффициентом (w_i). Важность

оценивается по 10- балльной шкале b_i . Сумма весовых коэффициентов должна равняться единице. Оценка важности рисков приведена в таблице

Таблица 4 – Социальные риски

№	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	Низкая квалификация ремонтного персонала	0	2	0,071	0
2	Непросвещенность компаний в области нанотехнологий	50	5	0,178	8,928
3	Бюрократические проволочки на стадии регистрации	50	8	0,285	14,285
4	Несоблюдение техники безопасности	25	7	0,25	6,25
5	Увеличение нагрузки на персонал	50	5	0,178	8,928
6	Отсутствие корпоративных стандартов	75	1	0,035	2,678
	Сумма		28	1	41,071

Таблица 5 – Экономические риски

№	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	Инфляция	100	1	0,019	1,960
2	Экономический кризис	25	2	0,039	0,980
3	Недобросовестность поставщиков	25	6	0,117	2,941
4	Непредвиденные расходы в плане работ	50	7	0,137	6,862
5	Снижение уровня спроса на продукцию	50	10	0,196	9,803
6	Сложность создания рынка производства и сбыта	75	7	0,137	10,294
7	Колебания рыночной конъюнктуры	25	6	0,117	2,941
8	Отсутствие в числе сотрудников экономистов	25	2	0,039	0,980
9	Низкие объемы сбыта	50	10	0,196	9,803
	Сумма		51	1	46,568

Таблица 6 – Политические риски

№	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	Снижение приоритета Правительства РФ в области нанотехнологий	25	7	0,466	11,666
2	Смена власти	0	1	0,066	0
3	Угроза национализации	0	1	0,066	0
4	Отсутствие поддержки со стороны чиновников	75	6	0,4	30
	Сумма		15	1	41,666

Таблица 7 – Технологические риски

№	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	возможность поломки оборудования	25	7	0,25	6,25
2	низкое качество поставленного оборудования	25	9	0,3214	8,0357
3	неправильная сборка оборудования	25	8	0,2857	7,1428
4	опасность для работающего персонала и аппаратуры	75	4	0,1428	10,714
	Сумма		28	1	32,142

Таблица 8 – Научно-технические риски

№	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	развитие конкурентных технологий	75	7	0,145	10,937
2	создание новых методов синтеза	75	7	0,145	10,937
3	риск невозможности усовершенствования технологии	50	8	0,166	8,333
4	отсутствие результата в установленные сроки	50	7	0,145	7,2916
5	получение отрицательного результата при внедрении в производство	25	10	0,208	5,208
6	несвоевременное патентование	25	9	0,187	4,687
	Сумма		48	1	47,395

Далее производится расчет общих рисков (таблица 9), который дает общую оценку в 43, т.е. проект имеет право на жизнь, хотя и не лишен препятствий. Оценка групп риска с наиболее высокими показателями будет учтена на этап ОКР, чтобы по возможности снизить их отрицательное влияние.

Таблица 9 – Общие риски

№ п/п	Риски	P_i	b_i	w_i	$P_i \cdot w_i$
1	Социальные	6	0,162	41,071	6,660
2	Экономические	9	0,243	46,568	11,327
3	Политические	4	0,108	41,666	4,504
4	Технологические	8	0,216	32,142	6,949
5	Научно-технические	10	0,270	47,395	12,809
Итого			9		43

Для того чтобы избежать риски или минимизировать их воздействие на проект необходимо проводить мероприятия по борьбе с рисками. Рекомендуемые мероприятия приведены ниже.

Социальные риски:

1. низкая квалификация ремонтного персонала - не скупиться на зарплату высококвалифицированному персоналу, затратить время на поиск персонала;
2. непросвещенность компаний в области нанотехнологий – писать статьи в научно-популярных изданиях, проводить работу с инвесторами;
3. бюрократические проволочки на стадии регистрации – запастись терпением;
4. несоблюдение техники безопасности – применять информационные стенды и сообщения, обязательное получение допуска по ТБ, ведение журнала

ТБ;

5. увеличение нагрузки на персонал – организация режима труда-отдыха, премирование добросовестных работников;

6. отсутствие корпоративных стандартов – проведение коллективных мероприятий, «корпоративных пятниц».

Экономические риски:

1. инфляция – закладывание в бюджет дополнительных потерь финансовых средств от инфляции;

2. экономический кризис – прогнозирование экономической ситуации;

3. недобросовестность поставщиков – поиск добросовестных и проверенных поставщиков;

4. непредвиденные расходы в плане работ – закладка в бюджет и план работ дополнительных расходов;

5. снижение уровня спроса на продукцию – проведение рекламной кампании;

6. сложность создания рынка производства и сбыта – проведение рекламных кампаний в России и за рубежом, поиск опытных экономистов, работа с потенциальными покупателями;

7. колебания рыночной конъюнктуры – отслеживание рынка «спроса-предложение», прогнозирование экономической ситуации;

8. отсутствие в числе сотрудников экономистов – поиск квалифицированных специалистов;

9. низкие объемы сбыта – поиск покупателей, проведение рекламных кампаний.

Технологические риски:

1. возможность поломки оборудования – заказ качественного оборудования известных фирм-производителей, качественный монтаж и эксплуатация оборудования;

2. низкое качество поставленного оборудования – заказ качественного оборудования известных фирм-производителей;

3. неправильная сборка оборудования – качественный монтаж и эксплуатация оборудования;

4. опасность для работающего персонала и аппаратуры – проведение мероприятий по ТБ.

Научно-технические риски:

1. развитие конкурентных технологий, создание новых методов синтеза, риск невозможности усовершенствования технологии – искать и рассматривать всевозможные пути оптимизации;

2. отсутствие результата в установленные сроки – премирование и штрафные санкции к ответственным за выполнение работ по плану, отслеживание времени начала и окончания работ, четкого графика;

3. получение отрицательного результата при внедрении в производство – согласование и контакт с возможными покупателями продукта

4. несвоевременное патентование – назначение ответственных за написание и оформление патентных документов

Таким образом, при учете возможности возникновения факторов, указанных при оценке рисков, а также при применении вышеуказанных мероприятий, предлагаемый проект является реализуемым. В особенности при реализации этапа опытно-конструкторских работ следует обратить внимание на научно-технические и технологические риски.

Заключение по разделу 4

В ходе разработки настоящей главы ВКР были решены следующие задачи: определена концепция проекта, факторы микро- и макросреды, проанализирован рынок продукта, проведен SWOT-анализ, разработан календарный план, составлен бюджет проекта и проведена оценка рисков.

Следует отметить важность для проекта в целом проведенных в данной главе исследований, которые позволили объективно оценить эффективность проводимых научно-технических исследований.

Список публикаций студента

1. Plasmodynamic synthesis of ultrafine crystalline phases in the Ti–C–N system / A.A. Sivkov, A.S. Ivashutenko, D.Y. Gerasimov, K.N. Shatrova // *Nanotechnologies in Russia*. – 2017. – Vol. 12, № 1–2. – P. 27–39.
2. Preparation of ultrafine Cu₃Si in high-current pulsed arc discharge / A.Y. Pak, K.N. Shatrova, N.E. Aktaev, A.S. Ivashutenko // *Nanotechnologies in Russia*. – 2016. – Vol. 11, № 9–10. – P. 548–552.
3. Shatrova, K.N. The development of the graphite barrel of the coaxial magnetoplasma accelerator / K.N. Shatrova, A.Y. Pak, E.Y. Sokolova // *MATEC Web of Conferences*. – 2015. – Vol. 37. – P. 1–5.
4. Cubic tungsten carbides: synthesis and lattice constant control / A.Y. Pak, A.A. Sivkov, K.N. Shatrova, I.I. Shanenkov // *Известия вузов. Физика*. – 2015. – Т. 58, № 9/3. – С. 28–31.
5. On the energy efficiency of coaxial plasma accelerator with graphite electrodes / A.Y. Pak, A.A. Sivkov, I.I. Shanenkov, K.N. Shatrova, D.S. Nikitin // *2015 International Siberian Conference on Control and Communications (SIBCON): proceedings*. – 2015. – P. 1–4.
6. Synthesis of ultrafine cubic tungsten carbide in a discharge plasma jet / A.Y. Pak, A.A. Sivkov, I.I. Shanenkov, I.A. Rakhmatullin, K.N. Shatrova // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. – 2015. – Vol. 48. – P. 51–55.
7. Shatrova, K.N. The Influence of the Central Electrode Material on Coaxial Magnetic Plasma Accelerator Operation / K.N. Shatrova, I.I. Shanenkov, A.Y. Pak // *Applied Mechanics and Materials*. – 2015 – Vol. 698. – P. 222–225.
8. Production of Ultrafine Tungsten Carbide in a Discharge Plasma Jet / A.A. Sivkov, A.Y. Pak, I.A. Rakhmatullin, K.N. Shatrova // *Nanotechnologies in Russia*. – 2014. – Vol. 9, № 11–12. – P. 682–687.
9. Synthesis of ultra dispersed graphite-like structures doped with nitrogen in supersonic carbon plasma flow (Article number 012001) / A.A. Sivkov, A.Y. Pak,

I.I. Shanenkov, Y.L. Kolganova, K.N. Shatrova // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 66, № 1. – P. 1–6.

10. Плазмодинамический синтез ультрадисперсных кристаллических фаз системы Ti–C–N / А.А. Сивков, А.С. Ивашутенко, Д.Ю. Герасимов, К.Н. Шатрова // Российские нанотехнологии. – 2017. – № 12 (1–2). – С. 84-93.

11. Получение ультрадисперсного Cu_3Si в сильноточном импульсном дуговом разряде / А.Я. Пак, К.Н. Шатрова, Н.Е. Актаев, А.С. Ивашутенко // Российские нанотехнологии. – 2016. – № 11 (9–10). – С. 33-37.

12. Получение ультрадисперсного карбида вольфрама в струе электроразрядной плазмы / А.А. Сивков, А.Я. Пак, И.А. Рахматуллин, К.Н. Шатрова // Российские нанотехнологии. – 2014. – № 9 (11–12). – С. 63-67.

13. Пак, А.Я. Получение ультрадисперсного силицида меди Cu_3Si магнетоплазменным методом / А.Я. Пак, К.Н. Шатрова // Юность и знания – гарантия успеха-2016: сборник научных трудов 3-й Международной молодежной научной конференции, Курск, 5-6 Октября 2016. – Курск: Университетская книга, 2016. – С. 485–489.

14. Shatrova, K.N. Producing ultradispersed material Cu-Si system in electrodischarge plasma / K.N. Shatrova, A.Y. Pak // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Томск, 26-29 Апреля 2016. – Томск: ТПУ, 2016. – № 2. – С. 494–496.

15. Шатрова, К.Н. Влияние массы прекурсора на фазовый состав продукта плазмодинамического синтеза / К.Н. Шатрова, И.И. Шаненков // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Томск, 26-29 Апреля 2016. – Томск: ТПУ, 2016. – № 2. – С. 497–499.

16. Шатрова, К.Н. Исследование кубического карбида вольфрама WC_{1-x} , полученного с помощью коаксиального магнетоплазменного ускорителя / К.Н. Шатрова // Новые конструкционные материалы: материалы 54-ой

Международной научной студенческой конференции, Новосибирск, 16-20 Апреля 2016. – Новосибирск: НГУ, 2016. – С. 55.

17. Шатрова, К.Н. О возможности получения объемного материала на основе кубического карбида вольфрама WC_{1-x} плазмодинамическим методом / К.Н. Шатрова, А.А. Сивков // Физическое материаловедение: сборник конкурсных докладов VII Международной школы с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 31 Января-5 Февраля 2016. – Тольятти: ТГУ, 2016. – С. 119–123.

18. Пак, А.Я. О динамике истечения и взаимодействии встречных сверхзвуковых струй углеродной электроразрядной плазмы / А.Я. Пак, И.И. Шаненков, К.Н. Шатрова // Высокие технологии в современной науке и технике: сборник научных трудов IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, Томск, 21-24 Апреля 2015. – Томск: ТПУ, 2015. – С. 50–53.

19. Шатрова, К.Н. Исследование продукта плазмодинамического синтеза системы W–C методом рентгеновской дифрактометрии / К.Н. Шатрова, А.Я. Пак // Поколение будущего: Взгляд молодых ученых – 2014: сборник научных статей 3-й Международной научной конференции: в 2-х томах, Курск, 13-15 Ноября 2014. – Курск: ЮЗГУ, 2014. – № 2. – С. 443–446.

20. Шатрова, К. Н. Влияние материала центрального электрода коаксиального магнитоплазменного ускорителя на его работу / К.Н. Шатрова, И.И. Шаненков, А.Я. Пак // Электротехника. Энергетика. Машиностроение: сборник научных трудов I Международной научной конференции молодых ученых, Новосибирск, 2-6 Декабря 2014. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2014. – № 2. – С. 136–138.

21. Shatrova, K.N. Synthesis and characterization of ultrafine tungsten carbide in a discharge plasma jet / K. N. Shatrova, I.A. Chesnokova // Язык и мировая культура: взгляд молодых исследователей: сборник научных трудов XIV Всероссийской научно-практической конференции: в 2 частях, Томск, 25-28 Апреля 2014. – Томск: Изд-во ТПУ, 2014. – № 2. – С. 131–133.

22. Шатрова, К.Н. DTA/TG study of ultrafine tungsten carbide powder synthesized in W-C plasma jet / К.Н. Шатрова // Интеллектуальные энергосистемы: материалы II Международного молодежного форума: в 2 т., Томск, 6-11 Октября 2014. – Томск: РауШ мбх, 2014. – № 2. – С. 323–327.

23. Шатрова, К.Н. Синтез и свойства карбида вольфрама в нанокристаллическом состоянии / К.Н. Шатрова // Современные инновации в науке и технике: сборник научных трудов 4-ой Международной научно-практической конференции; В 4-х томах, Курск, 17 Апреля 2014. – Курск: Юго-Зап. гос. ун-т, 2014. – № 4. – С. 372–375.

24. Шатрова, К.Н. Получение ультрадисперсных материалов системы углерод-вольфрам / К.Н. Шатрова // Интеллектуальные энергосистемы: материалы I Международного молодежного форума: в 2 т., Томск, 21-25 Октября 2013. – Томск: ТПУ, 2013. – № 2. – С. 270–274.

25. Шатрова, К.Н. Влияние энергии на дисперсность частиц карбида вольфрама, полученного в струе вольфрам-углеродной плазмы / К.Н. Шатрова, А.А. Сивков // Поколение будущего: Взгляд молодых ученых–2013: материалы 2-й Международной молодежной научной конференции, Курск, 13-15 Ноября 2013. – Курск: ЮЗГУ, 2013. – № 6. – С. 397–401.

26. Шатрова, К.Н. Получение водорода с помощью графитоподобных углерод-азотных структур / К.Н. Шатрова // Современные техника и технологии: сборник трудов XIX Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых: в 3 т., Томск, 15-19 Апреля 2013. – Томск: ТПУ, 2013. – № 1. – С. 109–110.

27. Шатрова, К.Н. Применение кубического карбида вольфрама WC_{1-x} , полученного с помощью ускорителя плазмы, в качестве электрокатализатора в топливных элементах / К.Н. Шатрова // Ресурсоэффективным технологиям - энергию и энтузиазм молодых: сборник научных трудов VII Всероссийской конференции, Томск, 27-29 Апреля 2016. – Томск: Изд-во ТПУ, 2016. – С. 56-59.

28. Шатрова, К.Н. Исследование кубического карбида вольфрама термографическими методами / К.Н. Шатрова, А.Я. Пак // Ресурсоэффективным

технологиям - энергию и энтузиазм молодых: сборник научных трудов VI Всероссийской конференции, Томск, 22-24 Апреля 2015. – Томск: ТПУ, 2015. – С. 206–211.

29. Шатрова, К.Н. Исследование продукта плазмодинамического синтеза системы углерод-вольфрам методом электронной микроскопии / К.Н. Шатрова // Современные проблемы горно-металлургического комплекса. Энергосбережение. Экология. Новые технологии: материалы десятой всероссийской научно-практической конференции с международным участием, Старый Оскол, 25-27 Ноября 2013. – Белгород: Белгород, 2013. – С. 11–14.

30. Шатрова, К.Н. Исследование ультрадисперсных порошков, синтезированных в системе углерод-вольфрам / К.Н. Шатрова // Функциональные материалы: разработка, исследование, применение: сборник тезисов докладов II Всероссийского конкурса научных докладов студентов, Томск, 22-23 Мая 2014. – Томск: ТПУ, 2014. – С. 29–30.

31. Шатрова, К.Н. Определение ОКР и среднего размера частиц карбида вольфрама WC_{1-x} / К.Н. Шатрова // Ресурсоэффективным технологиям – энергию и энтузиазм молодых: сборник научных трудов V Всероссийской конференции студентов элитного технического образования, Томск, 25-27 Марта 2014. – Томск: ТПУ, 2014. – С. 87–90.

32. Карепина, Е.Е. Роль доллара в российской и мировой экономике: поиск новых альтернатив / Е.Е. Карепина, К.Н. Шатрова // Экономика России в XXI веке: сборник научных трудов X Всероссийской научно-практической конференции «Фундаментальные проблемы модернизации экономики России», Томск, 19-23 Ноября 2013. – Томск: ТПУ, 2013. – С. 69–74.

33. Шатрова, К.Н. Графитоподобные углерод-азотные фазы: синтез, структура и свойства / К.Н. Шатрова, А.А. Сивков // Ресурсоэффективным технологиям – энергию и энтузиазм молодых: сборник докладов IV Всероссийской конференции студентов Элитного технического образования, Томск, 24-27 Апреля 2013. – Томск: ТПУ, 2013. – С. 59–61.

34. Effect of precursor mass on product phase composition in plasma dynamic synthesis of tungsten carbide / K.N. Shatrova, A.A. Sivkov, I.I. Shanenkov, A.S. Saygash // International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects: abstracts, Tomsk, October 2-7, 2016. – Tomsk: TPU Publishing House, 2016. – P. 345.

35. Шатрова, К.Н. Исследование свойств кубического карбида вольфрама WC_{1-x} , полученного плазмодинамическим методом / К.Н. Шатрова // ЛОМОНОСОВ-2016: материалы Международного молодежного научного форума, Москва, 11-15 Апреля 2016. – Москва: МАКС Пресс, 2016. – С. 1. – 1 электрон. опт. диск (DVD-ROM).

36. Shatrova, K.N. The influence of the central electrode material on the synthesis product in W-C system / K.N. Shatrova, A.A. Sivkov, A.Y. Pak // Gas Discharge Plasmas and Their Applications: Abstracts of 12th International Conference, Tomsk, September 6-11, 2015. – Tomsk: Publishing House of IOA SB RAS, 2015. – P. 140.

37. Cubic tungsten carbides: synthesis and lattice constant control / A.Y. Pak, A.A. Sivkov, K.N. Shatrova, I.I. Shanenkov // Gas Discharge Plasmas and Their Applications: Abstracts of 12th International Conference, Tomsk, September 6-11, 2015. – Tomsk: Publishing House of IOA SB RAS, 2015. – P. 180.

38. Шатрова, К.Н. Графитоподобные углерод-азотные фазы: синтез, структура и свойства / К.Н. Шатрова // Функциональные материалы: разработка, исследование, применение: сборник тезисов докладов I Всероссийского конкурса научных докладов студентов, Томск, 16-17 Апреля 2013. – Томск: ТПУ, 2013. – С. 116.