

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

---

Инженерная школа новых производственных технологий

Отделение материаловедения

Направление подготовки: Материаловедение и технологии материалов

**БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

Тема работы
<b>Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза</b>

УДК 546.78.83:536.42-047.84

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б71	Чжан Сюй		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения материаловедения	Елена Сергеевна Дедова	к.т.н.		

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН,ШБИП	Былкова Татьяна Васильевна	к.э.н.		01.02.2021г.

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Сечин Александр Иванович	д.т.н.		26.02.2021г.

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.03.01 Материаловедение и технологии материалов	Ваулина О.Ю.	к.т.н., доцент		

Томск – 2021 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 науки и высшего образования Российской Федерации**  
федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
Направление подготовки (специальность) Материаловедение и технологии материалов  
Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:  
Руководитель ООП  
\_\_\_\_\_ О.Ю.Ваулина

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

Бакалаврской работы
---------------------

Студенту:

Группа	ФИО
154Б71	Чжан Сюй

Тема работы:

Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза
Утверждена приказом директора ИШНПТ

Срок сдачи студентом выполненной работы:

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<b>Исходные данные к работе</b>	Приготовление порошка $ZrW_2O_8$ путем получения прекурсоров гидротермальным методом. Объект исследования состоит из $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ (ч.д.а.), $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (х.ч.) и $HCl$ (х.ч.). Кроме того, мы также рассмотрели и проанализировали соответствующие факторы риска и реальные факторы в рабочем процессе: высокое электромагнитное излучение, недостаточная освещенность рабочей зоны, высокая температура, превышение уровня шума, запыленность воздуха, нервно-психические перегрузки, пожар и безопасность, и предложены соответствующие решения и контрмеры для
---------------------------------	--

	<p>формирования безопасного промышленного производства.</p> <p>В соответствии с фактическим процессом исследования вычисляются производственный цикл продукта, процесс исследования, расчет затрат, вознаграждение за инвестиционный риск и доход.</p>
<b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Обзор литературы, основные характеристики <math>ZrW_2O_8</math> и механизм отрицательного теплового расширения.</li> <li>2. Материалы и методы исследования</li> <li>3. Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза</li> <li>4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</li> <li>5. Социальная ответственность</li> <li>6. Заключение</li> </ol>
<b>Перечень графического материала</b>	
<b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b>	
<b>Раздел</b>	<b>Консультант</b>
Финансовый менеджмент	Былкова Татьяна Васильевна, доцент ОСГН, ШБИП
Социальная ответственность	Сечин Александр Иванович, профессор
Материалы и методика исследования	Елена Сергеевна Дедова, доцент отделения материаловедения
Результаты исследования	Елена Сергеевна Дедова, доцент отделения материаловедения
<b>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b>	
1. Свойства и механизм отрицательного расширения $ZrW_2O_8$	
2. Способы синтеза вольфрамата циркония	
3. Материалы и методы исследования	
4. Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза	
5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	
6. Социальная ответственность	
7. Заключение	

<b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b>	26.04.2021
---	------------

**Задание выдал руководитель:**

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
Доцент отделения материаловедения	Дедова Е.С.	к.т.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
154Б71	Чжан Сюй		

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 62 с., 7 рис., 13 табл., 48 источника.

Ключевые слова: микроструктуры, материал с отрицательным тепловым расширением.

Объектом исследования является  $ZrW_2O_8$ .

Целью данной работы является исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза.

В процессе исследования используются электронный микроскоп и рентгеноструктурный анализ.

В результате исследования получение монофазного прекурсора  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  протекает в условиях гидротермального синтеза при следующих параметрах:

- 1) концентрация соляной кислоты 2,67 моль/л в исходной растворе результате;
- 2) продолжительность гидротермальной реакции – 36 часов;
- 3) температура гидротермальной реакции – 110 °С.

Порошок  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  состоит из частиц вытянутой формы, средний размер которых составил менее 100 нм. Порошок  $ZrW_2O_8$  получен путем разложения  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  при температуре 550 °С. Морфология порошка  $ZrW_2O_8$  представлена частицами вытянутой формой со средним размером не более 100 нм.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: полученные в ходе исследования результаты, могут быть использованы в технические предложения по производству материала с отрицательным тепловым расширением вольфрамата циркония.

Степень внедрения: результат будет использован для производства вольфрамата циркония.

Область применения: материал может использоваться в интегральных

схемах, оптических устройствах, композиционных материалах на керамической основе, композиционных материалах на основе металлов, стоматологических материалах, композиционных материалах на основе цемента, аэрокосмических двигателях, композиционных материалах на основе полиамидных смол и датчиках.

Экономическая эффективность/значимость работы: данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным. В целом, данный проект является перспективным с точки зрения ресурсопотребления, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования местных недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых физико-механических характеристик.

В будущем планируется изучить микроструктуру вольфрамата циркония, полученного другими методами.

## Содержание

Введение.....	9
1. Свойства и механизм отрицательного расширения $ZrW_2O_8$ .....	11
2. Способы синтеза вольфрамата циркония.....	15
3. Материалы и методы исследования.....	26
4. Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза.....	27
5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	33
6. Социальная ответственность.....	48
Заключение.....	56
Список литературы.....	57



## Введение

С развитием материаловедения требования к характеристикам теплового расширения материалов становятся все выше и выше. Материалы с отрицательным тепловым расширением (NTE-Negative thermal expansion) - одна из горячих точек в области материаловедения в последние годы. Исследования и разработка высокоэффективных материалов с низким тепловым расширением и материалов с нулевым расширением будут играть важную роль в продвижении разработки материалов и расширении диапазона применения материалов в различных областях, таких как прецизионные оптические устройства, волоконно-оптическая связь, медицинские материалы, аэрокосмические материалы и криогенные материалы и т. д. [1 – 4]. Материал с отрицательным тепловым расширением вольфрамат циркония ( $ZrW_2O_8$ ) - представляет собой керамический материал в диапазоне температур 0,3 К до 1050 К. Его коэффициент отрицательного теплового расширения составляет -  $8,7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [5].

Впервые вольфрамат циркония был получен в 1959 году [6]. Однако детальные исследования, посвященные изучению структуры  $ZrW_2O_8$  и его тепловым свойствам, проведенные американскими учеными [7, 8, 9] в конце 90х г.г., спровоцировали новую волну интереса к данному материалу. На сегодняшний день большинство исследований по данной тематике проводятся в Японии, Соединенных Штатах Америки, Китае и Индии. Среди основных направлений в изучении вольфрамата циркония можно выделить получение порошка  $ZrW_2O_8$  и синтез композиционных материалов с его добавлением.

Среди материалов с отрицательным тепловым расширением, которые в настоящее время изучаются,  $ZrW_2O_8$  обладает лучшими комплексными характеристиками. Он часто используется в качестве стабилизатора размеров для соединения с материалами с положительным тепловым расширением в машиностроении для снижения коэффициента теплового расширения материала. Однако применение  $ZrW_2O_8$  имеет были затронуты проблемы

синтеза. Из фазовой диаграммы  $ZrO_2-WO_3$  видно, что когда температура находится в диапазоне от 1105 до 1231 °C,  $ZrW_2O_8$  является термодинамически стабильным; в диапазоне от 780 до 1105 °C  $ZrW_2O_8$  будет разлагаться в  $ZrO_2$  и  $WO_3$ ; ниже при 780 °C  $ZrW_2O_8$  находится в метастабильном состоянии. Поэтому традиционный метод твердофазного синтеза для синтеза  $ZrW_2O_8$  обычно требует спекания в течение нескольких дней при 1105 ~ 1231 °C, а затем быстрого охлаждения для предотвращения разложения на  $ZrO_2$ ,  $WO_3$ . В настоящее время для получения  $ZrW_2O_8$  с высокой чистотой и однородным размером частиц обычно используется мокрый химический метод: сначала готовят предшественник  $ZrW_2O_8$ , затем нагревают и прокаливают и, наконец, получают  $ZrW_2O_8$ . Влажный химический метод в основном включает метод химического соосаждения [32], Золь-гель метод (Sol-gel) [28] И метод гидротермального синтеза [33].

## 1. Свойства и механизм отрицательного расширения $ZrW_2O_8$

### 1.1. Основные характеристики $ZrW_2O_8$

Из рисунка 1.1 [10] видно, что  $ZrW_2O_8$  термодинамически стабилен только при температуре от 1105 °С до 1257 °С, что строго ограничивает условия синтеза  $ZrW_2O_8$ , и его необходимо резко охладить от высокой температуры после синтеза при высокотемпературном синтезе. Однако, как только это вещество образуется, оно имеет высокую динамическую стабильность ниже 1050 К. Но при нагревании до температуры выше 1050К происходит разложение на  $ZrO_2$  и  $WO_3$ . В диапазоне 0,3 К ~ 1050 К коэффициент линейного расширения  $ZrW_2O_8$  в основном составляет  $-9 \times 10^{-6}K^{-1}$ . При 428 К параметры элементарной ячейки  $ZrW_2O_8$  имеют поворотный момент. Исследования показали, что при этой температуре происходит превращение  $\alpha$ -упорядоченной фазы в  $\beta$ -неупорядоченную фазу.

Материалы со структурой  $AM_2O_8$ , подобной  $ZrW_2O_8$ , в настоящее время содержат только три соединения  $ZrW_2O_8$ ,  $HfW_2O_8$  и  $ZrMo_2O_8$  и твердый раствор, образованный между ними.  $HfW_2O_8$  и  $ZrW_2O_8$  имеют очень похожие свойства теплового расширения. Исследования  $Zr_{1-x}Hf_xW_2O_8$  показывают, что  $Hf^{4+}$  заменяет  $Zr^{4+}$  на свойства расширения. Небольшой эффект [11,12].  $ZrMo_2O_8$  имеет много аллотропов, из которых только кубическая фаза  $ZrMo_2O_8$  показывает отрицательные характеристики расширения. Кубический  $ZrW_{2-x}Mo_xO_8$  нельзя получить прямым твердофазным синтезом, но он имеет хорошую термическую стабильность и не разлагается при нагревании до 1473 К [13].

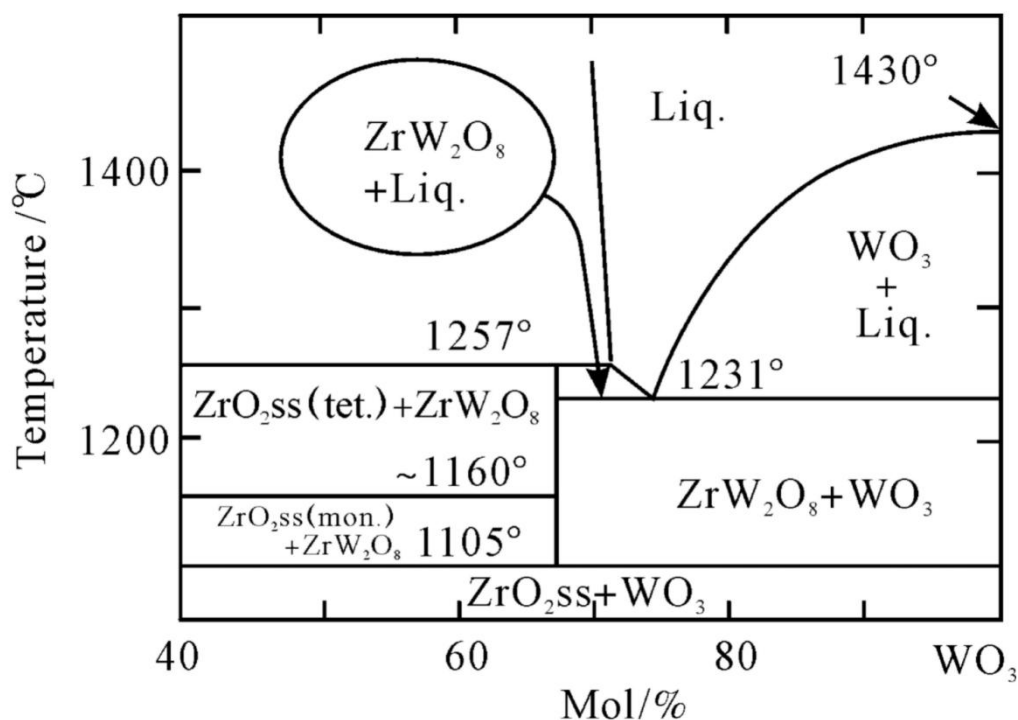


Рисунок 1.1 - Фазовая диаграмма ZrO<sub>2</sub>-WO<sub>3</sub>

## 1.2. Механизм отрицательного расширения ZrW<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

Кристаллическая структура ZrW<sub>2</sub>O<sub>8</sub> показана на рисунке 1.2. Это сетчатая каркасная структура, состоящая из октаэдров ZrO<sub>6</sub> и тетраэдров WO<sub>4</sub> с общими углами при вершине. Атомы кислорода в вершине каждого октаэдра ZrO<sub>6</sub> являются общими с одним тетраэдром WO<sub>4</sub>, в то время как только 3 атома кислорода в 4 вершинах тетраэдра WO<sub>4</sub> являются общими с ZrO<sub>6</sub>. Таким образом, один атом кислорода в каждом тетраэдре WO<sub>4</sub> координируется, образуя оборванную связь «М-О-» [14,15,16]. Результаты уточнения XRD ZrW<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, выполненные Sleight et al. Показали, что от 0,3 К до 700 К длина связи Zr-O и связи WO мало изменяется. Считается, что причина, по которой ZrW<sub>2</sub>O<sub>8</sub> производит NTE, заключается в низкой энергии атомы кислородного мостика в связи Zr-O-W Боковое колебание, атом кислородного мостика испытывает поперечное тепловое колебание, и многогранник, соответственно, связан для вращения. При повышении температуры амплитуда колебаний атомов кислорода увеличивается, в то время как длина связи М-О изменяется очень мало, что заставляет атомное расстояние М-М сокращаться с увеличением

температуры, что приводит к отрицательному эффекту теплового расширения «холодного расширения и сжатия». Поскольку связь Zr-O и связь W-O в многограннике представляют собой связи с сильной связующей силой, октаэдр  $ZrO_6$  и тетраэдр  $WO_4$ , которые они образуют, представляют собой жесткие многогранники, которые трудно деформировать и которые можно рассматривать как твердотельные элементы; Жесткие полиэдрические единицы соединены атомами кислорода в верхних углах. Совместное движение тетраэдров и октаэдров приводит к отрицательным эффектам расширения. Эта модель называется RUM (Rigid Unit Modes). Это связующее движение блока может сопровождаться низкоэнергетической или низкочастотной фононной вибрацией. Балансовое значение движения фонона RUMs составляет  $\langle \theta^2 \rangle \propto -k_B T / \omega^2$ , где  $\theta$  - угол поворота многогранника,  $\omega$  - частота колебаний фонона, а  $k_B$  - постоянная Больцмана. Изменение объема  $\Delta V \propto -\langle \theta^2 \rangle \propto -k_B T \sum \alpha_k \omega_k^{-2}$ , вызванное суммой колебаний всей многогранной сети, где  $\alpha_k$  - весовой коэффициент, а  $k$  - волновой вектор. Поскольку частота колебаний RUM довольно низка, на нее приходится высокая доля теплового расширения, и при определенных обстоятельствах она превышает положительное тепловое расширение химических связей в блоке твердого тела [15], поэтому существование RUM обеспечивает механизм отрицательного теплового расширения, не ограниченный температурой.

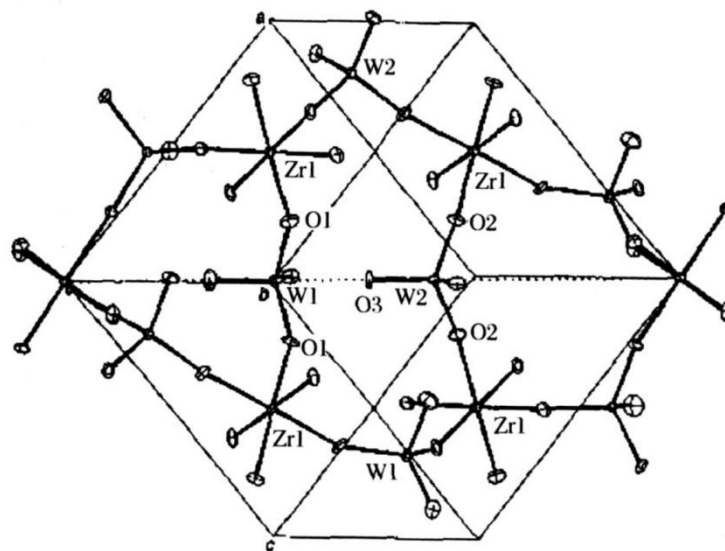


Рисунок 1.2 – Каркасная структура  $\alpha$ - $ZrW_2O_8$

## 2. Способы синтеза вольфрамата циркония

### Твердофазный метод

Традиционный твердофазный метод получения порошка  $ZrW_2O_8$  прост в эксплуатации. Смесь оксидов измельчают, помещают в высокотемпературную печь и выдерживают при 1473.15 К не менее 24 часов [17], Размер полученных частиц составляет около 1,5 - 0,7 мкм, а отрицательный коэффициент расширения продукта больше,  $-6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Чтобы сократить время высокотемпературной реакции и улучшить чистоту продукта Чэн Сяонун [18], был использован поэтапный твердофазный метод для выдерживания реагентов при 873.15 °С, 1073.15 К и 1173.15 К в течение 4, 8 и 12 часов соответственно. После охлаждения в печи температура поддерживается на уровне 1220 °С в течение 3 часов после измельчения, что значительно сокращает время высокотемпературного спекания. Размер частиц полученного порошка кубической фазы составляет около  $1 \times 0.5$  мкм, что ниже, чем у порошка, полученного традиционным твердофазным методом, и имеет значительные отрицательные характеристики теплового расширения со средним коэффициентом теплового расширения  $-6.31 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Поскольку твердофазная реакция осуществляется за счет диффузии между твердыми порошками, чем меньше размер частиц реагентов, тем более равномерно смешивание и тем лучше диффузия. Поэтому Чэн Сяонун [19] использовали наноразмерные  $ZrO_2$  и  $WO_3$  в качестве сырья для получения сверхтонкого порошка  $ZrW_2O_8$  посредством ступенчатой твердофазной реакции.  $ZrW_2O_8$ , полученный этим методом, имеет кубическую фазу с малым размером частиц, примерно 200-500 нм. Полученный порошок  $ZrW_2O_8$  имеет хорошие характеристики отрицательного теплового расширения, а средний отрицательный коэффициент теплового расширения составляет  $-6,82 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Лю Циньцин синтезировал коммерчески доступный аналитически чистый оксинитрат цирконила  $ZrO(NO_3)_2 \cdot 5H_2O$  при 550 °С в течение 4 часов, а затем нагревали до 600 °С в течение 2 часов для синтеза порошка нано- $ZrO_2$ ;

коммерчески доступный аналитически чистый аммоний молибденовой кислоты ( $N_6H_{24}Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ) инкубировали при  $600\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 3 часов для синтеза порошка нано- $WO_3$ . Затем измельчите оксидную смесь, поместите ее в высокотемпературную печь и выдержите при температуре  $1473,15\text{ K}$  не менее 24 часов [19]. Хотя ступенчатый твердофазный метод эффективно сокращает время высокотемпературного спекания, процесс является громоздким, операция усложняется, а цикл синтеза длиннее. По этой причине Тонг Линсонг [20] процесс повторного спекания используется для получения  $ZrW_2O_8$ . Порошок  $ZrW_2O_8$ , полученный путем повторного обжига, имеет размер частиц менее  $10\text{ мкм}$  и чистоту  $98\%$ , что значительно улучшается. Лян Эрджун и др. увеличили температуру спекания до  $1153,15 \sim 1723,15\text{ K}$ , а затем синтезировали кубический  $ZrW_2O_8$  после выдержки в течение  $5 \sim 600$  мин. [21]. Продукт представляет собой однородный зеленый блок с высокой плотностью и может использоваться для приготовления композиционных материалов. В то же время, поскольку диапазон термодинамической стабильности  $\alpha$ - $ZrW_2O_8$  составляет  $1378,15 \sim 1530,15\text{ K}$ , узкий диапазон стабильности очень затрудняет получение кубического  $ZrW_2O_8$ . Поэтому Манчева и др [22]. приняли метод «плавление-закалка», сначала подвергнув моноклинный  $ZrO_2$  и  $WO_3$  термообработке при  $1300$ , аморфный  $ZrW_2O_8$  в  $\gamma$ -фазе получали путем быстрого охлаждения со скоростью  $104 \sim 105\text{ K / с}$ , а затем закаленный продукт прессовали в тонкие листы и выдерживали при  $873,15\text{ K}$  в течение 15 часов для получения  $\alpha$ - $ZrW_2O_8$ .

### **Золь-гель метод**

В золь-гель методе в качестве предшественников используются соединения, содержащие высоко химически активные компоненты, эти сырьевые материалы равномерно смешиваются в жидкой фазе и проводятся химические реакции гидролиза и конденсации с образованием стабильной прозрачной системы золя в растворе. Коллоидные частицы медленно полимеризуются с образованием геля с трехмерной сетчатой структурой, которая заполнена растворителями, которые теряют текучесть с образованием



геля. Гель сушат, спекают и затвердевают для получения молекулярных материалов и даже материалов с наноструктурой. Золь-гель метод используется для синтеза порошка  $ZrW_2O_8$ , который может смешивать реагенты на молекулярном уровне. Температура реакции эффективно снижается, продукт имеет высокую степень химической однородности, размер частиц порошка небольшой, чистота высокая, и это полезно для приготовления композиционных материалов [23-25]. Например, золь, приготовленный из солевого раствора  $ZrO(NO_3)_2 \cdot H_2O$  и  $N_5H_{37}W_6H_{24}H_2O$ , кипятят с обратным холодильником в 500 мл среды 6 моль / л  $HCl$  в течение 48 ч, после выдержки в течение 21 дня температуру поддерживали на уровне  $610\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 5 часов для получения порошка  $ZrW_2O_8$ . Порошок является хлопьевидным с размером частиц около 100 нм, а средний коэффициент теплового расширения порошка составляет  $-5,07 \times 10^{-6} / \text{K}$ , что немного меньше отрицательного коэффициента теплового расширения порошка, полученного твердофазным методом, что в основном вызвано поверхностным эффектом [26-28].

### **Метод анализа сжиганием (Analysis method by combustion)**

Процесс синтеза сгорания разработан на основе золь-гель и самораспространяющегося высокотемпературного процесса синтеза. Он использует окислительно-восстановительную реакцию смешанного сырья, которое представляет собой комбинацию окислителя и восстановителя (в качестве топлива) для выделения тепла, так что реакция самораспространяется при низкой температуре. Осуществляется метод сжигания. Следующее осуществляется путем самораспространяющегося горения. Ян Сюэхуа [29]. использовали цирконилхлорид и вольфрамат аммония в качестве сырья, борную кислоту в качестве флюса (Флюс обычно относится к веществу, которое может снизить температуру размягчения, плавления или разжижения этого вещества и мочевины как топливо. После выдержки при  $1473.15\text{ K}$  в течение 1 часа смесь охлаждали в дистиллированной воде для получения

порошка  $ZrW_2O_8$  высокой чистоты. Продукт, полученный методом сжигания, представляет собой кубическую фазу высокой чистоты, которая не совсем белая, а размер частиц порошка составляет около 0,5 мкм, коэффициент линейного расширения  $ZrW_2O_8$  составляет  $-5.08 \times 10^{-6} K^{-1}$  [30].

### **Микроволновой метод**

В микроволновом методе используется комбинированный нагревательный эффект микроволн для быстрого нагрева материала в целом с высокой скоростью нагрева и низким гистерезисом. В 1999 г. Кон Сянян [24] получили  $ZrW_2O_8$  с помощью комбинации влажного химического метода и микроволнового обжига, конкретная операция заключается в следующем: растворение  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  в соответствии с определенным соотношением дозирования и титрование  $NH_3 \cdot H_2O$  с образованием осадка  $Zr(OH)_4$ , повторная промывка для удаления  $Cl^-$ , затем смешайте осадок с раствором  $H_2WO_4$  и  $NH_3 \cdot H_2O$ , хорошо перемешайте, центрифугируйте и обезвожьте, затем высушите в вакууме при 473.15 К, затем образец помещали в микроволновую печь с многопленочной полостью при 1073.15-1273.15 К на 30 мин, вынимали образец и закачивали, чтобы получить порошок  $ZrW_2O_8$ . Метод микроволнового синтеза позволяет генерировать кубический  $ZrW_2O_8$  высокой чистоты за короткий период времени с постоянной решетки 0.9156 нм и размером зерна около 1 ~ 2 мкм, нет явной твердой агломерации, кристалличность хорошая, средний коэффициент линейного расширения образца составляет  $-7,9 \times 10^{-6} K^{-1}$ .

### **Метод соосаждения**

Метод соосаждения заключается в добавлении осаждающего агента к смеси солей металлов и его разложении при высокой температуре с получением порошка высокой чистоты. Тип и количество осаждающего агента являются ключом к определению того, является ли соосаждение. Концентрация раствора,

время реакции, значение pH и другие факторы Процесс соосаждения также имеет большое влияние.

Используйте промышленные материалы  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  и  $H_2WO_4$ , приобретенные на рынке, и взвесьте  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  и  $H_2WO_4$  в молярном соотношении 1: 2 для использования. Добавьте  $H_2WO_4$  в определенное количество концентрированной аммиачной воды и дайте ей постоять в течение 24 часов, полностью перемешивая, чтобы растворить его.  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  Растворить в деионизированной воде, чтобы получить раствор 0,5 моль · л<sup>-1</sup>, отфильтровать примеси, добавить раствор  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  к раствору аммиака  $H_2WO_4$  в соответствии со стехиометрическим соотношением, отрегулировать значение pH и контролировать его в диапазоне от 2 до 3, и получают белый осадок (предшественник), центрифугируют осадок и промывают его пять раз абсолютным этанолом, сушат осадок и прокалывают при 600 °C в течение 2 часов с получением порошка  $ZrW_2O_8$  [31].

Возьмите  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  и  $(NH_4)_5H_5[H_2(WO_4)_6] \cdot H_2O$  в качестве сырья. Взвесьте определенный вес сырья и поместите его в платиновый тигель, спекайте его на воздухе в коробчатой печи при 800 °C в течение 5 часов и откалибруйте содержание  $Zr^{4+}$  и  $W^{6+}$  в соответствии с остаточным  $ZrO_2$  и  $WO_3$ . В соответствии с молярным соотношением навески  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  и  $(NH_4)_5H_5[H_2(WO_4)_6] \cdot H_2O$  соответственно растворялись в деионизированной воде для приготовления раствора, содержащего  $Zr^{4+}$  и  $W^{6+}$  в концентрации 1М. Раствор, содержащий  $Zr^{4+}$ , по каплям добавляли к раствору, содержащему  $W^{6+}$  в соотношении 1: 2, и раствор добавляли по каплям при перемешивании. В растворе немедленно выпадал белый осадок, и pH раствора довели до  $\approx 4$  с помощью аммония. гидроксид и соляная кислота. Продолжайте перемешивать в течение 1 часа, после стояния в течение нескольких часов слейте прозрачную жидкость, указанную выше, и высушите при 100 °C, чтобы получить предшественник  $ZrW_2O_8$ . Прекурсор спекали в коробчатой печи при 600 °C, выдерживали в течение 2 часов, затем отправляли на охлаждение на воздухе, измельчали в ступке, затем нагревали в коробчатой печи при 1200 °C в течение

2 часов, а затем закаливали водой после выдержки. выгружают из печи для получения порошка  $ZrW_2O_8$ [32].

### **Метод гидротермального синтеза**

Гидротермальный метод относится к способу, в котором водный раствор используется в качестве реакционной системы в реакторе, и реакционная система нагревается до критической температуры для создания среды высокого давления для неорганического синтеза и приготовления материала. Ионные реакции и реакции гидролиза могут быть ускорены и ускорены в гидротермальных условиях, так что некоторые термодинамические реакции, которые имеют низкую скорость реакции при нормальной температуре и давлении, могут протекать быстро в гидротермальных условиях. Гидротермальный метод действительно реализует низкотемпературный синтез порошкового материала  $ZrW_2O_8$ , снижает улетучивание оксида вольфрама и гарантирует, что реакция протекает в стехиометрическом соотношении.  $ZrW_2O_8$ , полученный этим методом, имеет простую кубическую структуру, постоянную элементарной ячейки  $a = 0,91591$  нм, равномерное распределение частиц по размерам, а порошок может быть получен непосредственно из жидкой фазы с небольшой агломерацией [33]. Кроме того, Zhao Xinhua [34] основано на стехиометрическом соотношении (Zr: W = 1: 2). Взвешивают 0,04 моль вольфрамата натрия и 0,02 моль оксихлорида циркония и растворяют их в 40 мл дистиллированной воды. При перемешивании добавляют два раствора по каплям к 30 мл раствора. заодно дистиллированная вода. В это время образовался белый осадок. После завершения добавления перемешивание продолжали в течение 2 ч до получения белой суспензии. Нагревают и упаривают досуха до получения белого твердого вещества А. После измельчения твердого вещества А возьмите около 2 г и поместите его в круглую реакционную камеру с отверстием внизу в качестве реагента для приготовления золы. Поместите 8 мл 6 моль · л<sup>-1</sup> соляной кислоты в качестве раствора источника газа в политетрафторэтиленовый лайнер (объем 25 мл)

гидротермального реакционного котла, а затем поместите реакционный бокс с твердым веществом А в лайнер. Кронштейн используется для поддержки реакционной камеры на жидкой поверхности раствора источника газа, чтобы гарантировать, что раствор источника газа не будет погружен в порошок. Вкладыш, содержащий реагенты, герметично закрывали в реакторе из нержавеющей стали и реагировали при 200 °С в течение 8 часов. По окончании реакции реакционный котел охлаждали на воздухе до комнатной температуры, продукт отфильтровывали, промывали несколько раз дистиллированной водой и сушили при 105 °С с получением твердого предшественника белого или пурпурного цвета. Прекурсор прокаливали при 600 °С в течение 10 ч в атмосфере воздуха и получали белый кубический  $ZrW_2O_8$ .

### **Метод распылительной сушки**

Распылительной сушки метод заключается в распылении смешанного солевого раствора или взвеси в высокотемпературной атмосфере и диспергировании их на бесчисленное количество мелких капель. Жидкая фаза испаряется, и капли становятся меньше, а затем твердая фаза осаждается из-за перенасыщения. Мейер [35] приготовил порошок  $ZrW_2O_8$  методом распылительной сушки, используя  $(NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot nH_2O$ ,  $ZrOCl_2 \cdot H_2O$  и  $ZrO(NO_3)_2 \cdot nH_2O$  в качестве сырья. Порошок сушили распылением под действием небольшого количества  $HCl$  и  $HNO_3$ , а затем выдерживали при 973.15 К в течение 12 часов, затем 2,5 г гранул помещали в закрытую кварцевую пробирку и выдерживали при 1453.15 К в течение 2 часов, затем извлекали и гасили жидким азотом для получения  $ZrW_2O_8$ . Порошок, полученный этим методом, рыхлый и имеет большую удельную поверхность, а средний размер частиц порошка составляет 1-10 мкм.

### **Метод выращивания монокристаллов**

Формирование монокристаллов является эффективным методом изучения структуры и свойств материалов, а также обеспечивает надежную основу для

дальнейших исследований свойств веществ. Монокристалл  $ZrW_2O_8$  был получен по технологии слоистого самосплавления, которая дает разумную основу для объяснения физических и химических свойств  $ZrW_2O_8$ . Они смешали  $ZrO_2$  и  $WO_3$  высокой чистоты в соотношении 1: 2, затем распылили их в платиновом тигле, а затем нанесли соответствующее количество  $WO_3$  поверх смеси. Накрывать тигель не нужно. Тигель нагревают до 1573,15 К со скоростью 700 К ч<sup>-1</sup>, выдерживают 2 часа, затем охлаждают до 1503,15 К со скоростью 0,5 К ч<sup>-1</sup>, а затем закаливают до комнатной температуры. температура со скоростью 0,5 К ч<sup>-1</sup> для получения бесцветного и прозрачного листа  $ZrW_2O_8$ . Хрусталь, весом 1,5г. Монокристалл  $ZrW_2O_8$ , синтезированный этим методом, имеет стабильные химические свойства, а характеристики изотропной люминесценции наблюдаются под оптическим микроскопом - это новый тип люминесцентного материала.

### **Получение тонкой пленки $ZrW_2O_8$ методом магнетронного распыления**

По сравнению с традиционными порошковыми материалами, тонкопленочные материалы обладают несравненными преимуществами, такими как тонкие зерна пленки, большая удельная поверхность и особая структура поверхности, поэтому исследования тонкой пленки  $ZrW_2O_8$  имеют большое значение. Ченг Сяонун [36] синтезировал пленку  $ZrW_2O_8$  с отрицательным тепловым расширением, используя метод магнетронного распыления, используя кварц в качестве подложки и термообработку при 1200 °С в течение 3 минут. Поверхность пленки гладкая и имеет очевидные отрицательные характеристики расширения. Средний коэффициент теплового расширения составляет  $-10,08 \times 10^{-6} \text{ К}^{-1}$ , что дает большую термоусадку, чем порошковые материалы.

### **Синтез керамики $ZrW_2O_8$ методом лазерного спекания.**

Лазеры и инструменты имеют такие характеристики, как высокая гибкость и интеллект, высокая эффективность, высокая управляемость, энергосбережение, защита окружающей среды и простота в эксплуатации. Она известна как универсальный инструмент для обработки 21 века. У Тяньань [37] успешно синтезировал керамику  $ZrW_2O_8$  с помощью высокоэнергетического  $CO_2$ -лазера с мощностью лазера 500-800 Вт и скоростью сканирования менее 2 мм / с. Продукт зеленого цвета и компактный, содержит небольшое количество  $\gamma$ - $ZrW_2O_8$ . Весь образец в основном состоит из нанокристаллической и небольшого количества аморфной фазы.

Таблица 2.1 – Сводная таблица характеристик вольфрамата циркония, полученного различными методами.

Метод	Методика синтеза	Чистота продукта / примечания	Морфология порошка	КТР, К <sup>-1</sup>	Ссылка на литературу
Твердофазный метод	ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·5H <sub>2</sub> O и N <sub>6</sub> H <sub>24</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> ·4H <sub>2</sub> O 1473.15К 24 ч	Содержит примеси/закалка	1×0.5 мкм	-6.31×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[19]
	ZrO <sub>2</sub> и WO <sub>3</sub> 1378-1504 К 4-12 ч	Содержит примеси/закалка	200-500 нм	-6.82×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[18]
	Порошок ZrW <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 1153.15К-1530.15К 5-600мин	98% чистота/закалка	<10мкм	-8.9×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[19]
Золь-гель метод	ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O и N <sub>5</sub> H <sub>37</sub> W <sub>6</sub> H <sub>24</sub> ·H <sub>2</sub> O 48ч в HCl, дать постоять 21d, 610 °С 5 ч	Высокая чистота Порошок хлопьевидный	100 нм	-5.07×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[26] [27]
	Порошок ZrW <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 500 °С	Высокая чистота	100 нм	-5.93×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[28]
Метод горения	ZrOCl <sub>2</sub> ·8H <sub>2</sub> O и (NH <sub>4</sub> ) <sub>10</sub> W <sub>12</sub> O <sub>41</sub> ·4H <sub>2</sub> O Борная кислота и мочевины 1200°С 1 ч	Беловатый порошок высокой чистоты/ загрязненная среда	0.5 мкм	-5.08×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[29]



Микроволновой метод	ZrOCl <sub>2</sub> ·8H <sub>2</sub> O и NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O 200 °С вакуумная сушка 200-1000°С 30мин	Высокая чистота	1-2 мкм	-7.9×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[31]
Метод химического соосаждения	Растворимый Zr и вольфрамат 1378-1504 К	высокая чистота/закалка	2.5×5 мкм	-5.38×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[33]
Гидротермальный метод	ZrW <sub>2</sub> O <sub>7</sub> (OH) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O HCl и H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 573-873 К	высокая чистота	Ширина 10-15 нм, длина 500 нм	-5.4×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[30]
	Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> и ZrOCl <sub>2</sub> ·8H <sub>2</sub> O 600 °С 10 ч	высокая чистота	a=0.915 4 нм	-4.5×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[34]
Метод распылительной сушки	(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> H <sub>2</sub> W <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ·nH <sub>2</sub> O, ZrOCl <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O и ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·nH <sub>2</sub> O	Сыпучий порошок, большая площадь поверхности	1-10 мкм	-5.12×10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[35]
Получение тонкой пленки ZrW <sub>2</sub> O <sub>8</sub> методом магнетронного распыления	Кварц 1200 °С 3 мин	Крупные кристаллические зерна и большая удельная поверхность		-10,08 × 10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup>	[36]

### 3. Материалы и методы исследования

Порошок  $ZrW_2O_8$  был приготовлен с использованием прекурсора, полученного гидротермальным методом. Для его приготовления были взяты исходные реагенты:  $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$  (ч.д.а.),  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  (х.ч.) и  $HCl$  (х.ч.). 25 мл водного раствора 0,5 моль/л  $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$  смешали с 25 мл 0,25 моль/л  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ . После этого было добавлено 25 мл раствора соляной кислоты с различной концентрацией (1 моль/л, 2 моль/л, 4 моль/л, 8 моль/л). Затем полученную суспензию тщательно перемешивали, после чего поместили в стальной автоклав с тефлоновым вкладышем и нагревали при температуре  $160^\circ C$  в течение 36 часов для того, чтобы осуществилась гидротермальная реакция. В итоге полученный продукт декантировали, промывали дистиллированной водой, затем сушили при температуре  $110^\circ C$ .

Порошок прекурсора нагревали при  $550$  и  $650^\circ C$  в течение 1 часа с целью получения вольфрама циркония.

Рентгеновские исследования проводились на дифрактометре типа ДРОН (CuK-излучение) в пошаговом режиме в диапазоне углов  $5$  до  $60^\circ$ .

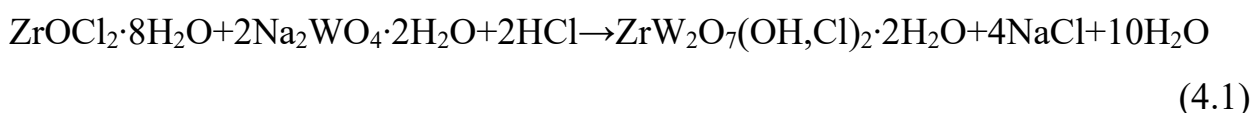
На растровом электронном микроскопе Philips SEM 515 осуществляли исследования морфологии порошка.

#### 4. Исследование структурообразования вольфрамата циркония в условиях гидротермального синтеза

Согласно проведенным аналитическим исследованиям в направлении получения прекурсора вольфрамата циркония гидротермальным методом было определено, что для получения монофазного  $ZrW_2O_7(OH)_2(H_2O)$  необходимо удовлетворить следующие условия [38-42]:

- 1) продолжительность гидротермальной реакции от 1 до 72 часов;
- 2) температура гидротермальной реакции варьируется от 160 до 200 °С;
- 3) степень кристалличности конечных продуктов зависит от концентрации кислоты. Тем не менее, кристаллизация наблюдалась гораздо быстрее в случае использования соляной кислоты HCl [43].

В настоящей работе получение предшественника вольфрамата циркония -  $ZrW_2O_7(OH, Cl)_2 \cdot 2H_2O$ , протекало в условиях гидротермального синтеза при использовании дигидрата вольфрамата натрия ( $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ ), октагидрата оксихлорида циркония ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) и соляной кислоты (HCl) в качестве исходных компонентов по следующей формуле:



Концентрация соляной кислоты варьировалась и составила 1 моль/л, 2 моль/л, 4 моль/л, 8 моль/л.

На рисунке 4.1 приведены рентгенограммы порошков, полученных при различных концентрациях соляной кислоты. Видно, что на дифрактограмме порошка, полученного при концентрации HCl 1 моль/л, регистрировалась только аморфная фаза.

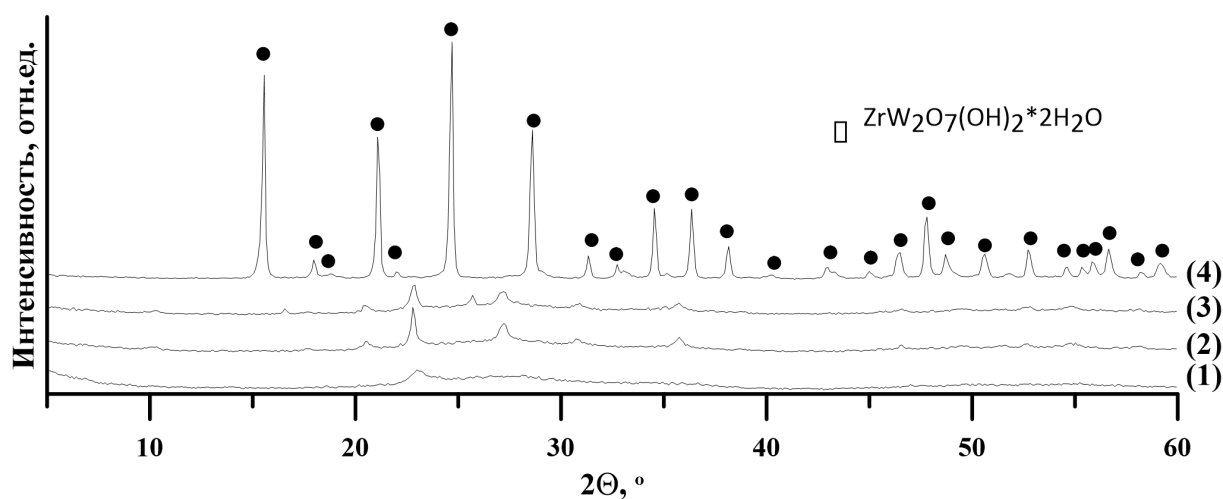


Рисунок 4.1 - Рентгенограммы порошков, синтезированных при различных концентрациях соляной кислоты (1) 1 моль/л, (2) 2 моль/л, (3) 4 моль/л, (4) 8 моль/л.

Увеличение концентрации соляной кислоты до 4 моль/л привело к изменению фазового состава порошков. Так, на рентгенограммах, соответствующих обозначенным концентрациям кислоты, наряду с аморфной фазой присутствовали рефлексы кристаллической модификации.

На дифрактограмме порошка, синтезированного при наибольшей концентрации соляной кислоты 2,67 моль/л, присутствовали преимущественно линии, соответствующие пикам прекурсора  $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$  в тетрагональной модификации (COD № 96-403-1508).

На рисунке 4.2 показана зависимость степени кристалличности от концентрации кислоты. Видно, что по мере роста содержания соляной кислоты в исходном растворе степень кристалличности увеличилась с 10 до 98% при минимальной и максимальной концентрации HCl. Таким образом, на основе полученных данных можно сделать вывод, что кислотность исходного раствора способствует кристаллизации целевого продукта.

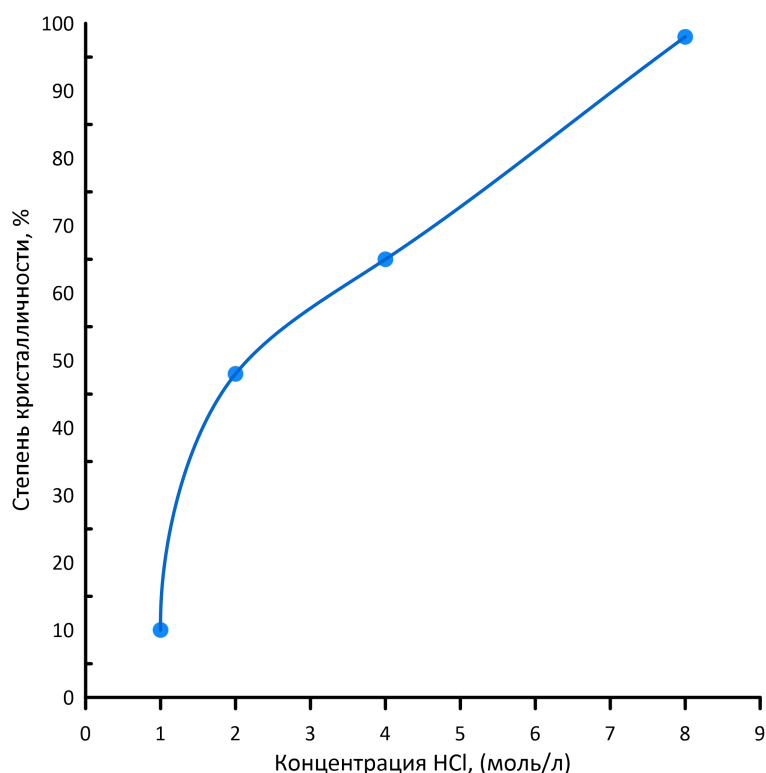
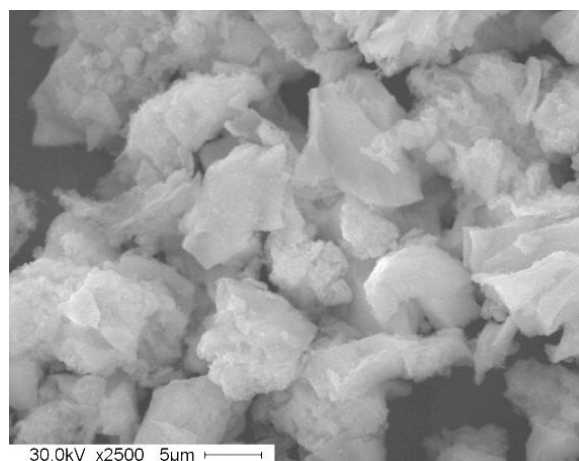
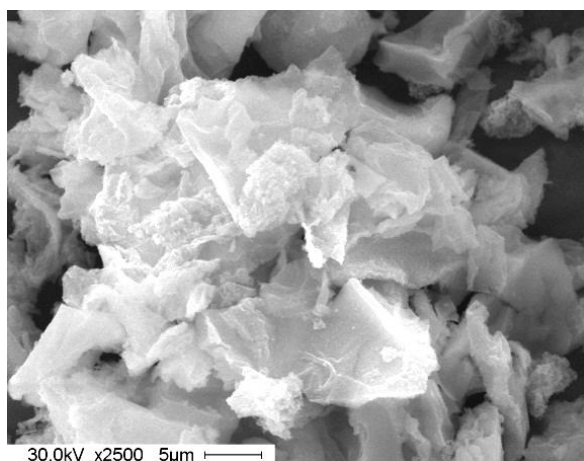


Рисунок 4.2 – Зависимость степени кристалличности от концентрации HCl.

Микроскопические исследования полученных порошков приведены на рисунке 4.3. Видно, что морфология порошка прекурсора отличалась в зависимости от концентрации кислоты. Так, порошок, синтезированный в присутствии 1 моль/л соляной кислоты, был представлен агломератами нерегулярной формы. Увеличение содержания HCl привело к изменению морфологии порошка. При максимальной концентрации соляной кислоты порошок состоит из вытянутых частиц.



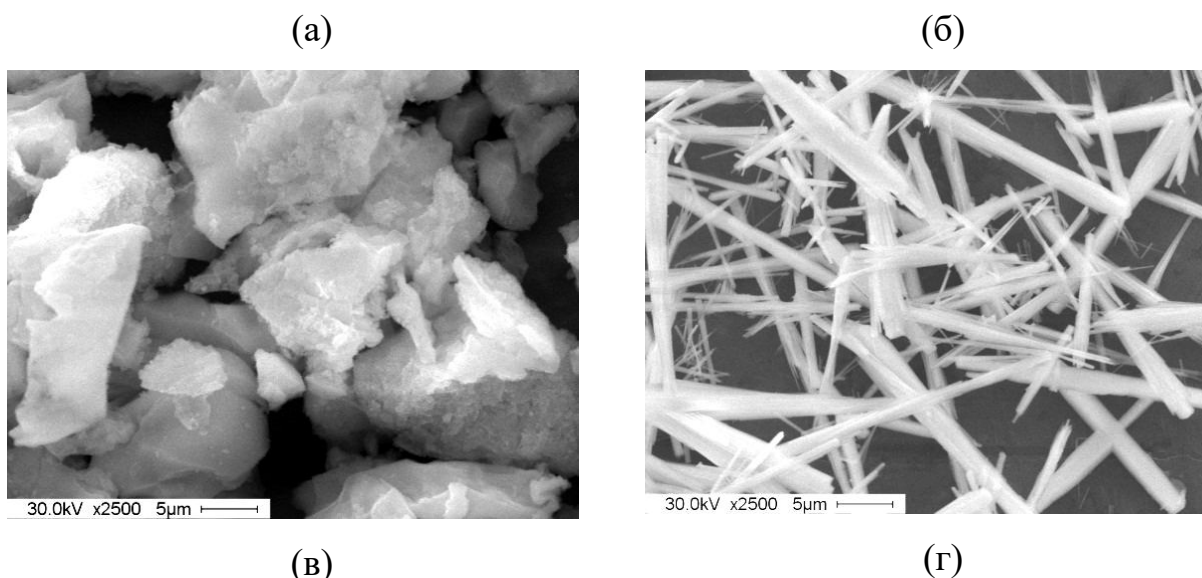


Рисунок 4.3 – РЭМ изображения прекурсоров, полученные при концентрации соляной кислоты а) 0.33 моль/л, б) 0.67 моль/л, в) 1.33 моль/л, г) 2.67 моль/л.

Согласно результатам проведенного литературного анализа, нагрев прекурсора в температурном диапазоне от 300 до 650 °С приводит к формированию вольфрамата циркония. В настоящей работе для получения вольфрамата циркония порошок  $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$  нагревали до температур 550 и 650 °С.

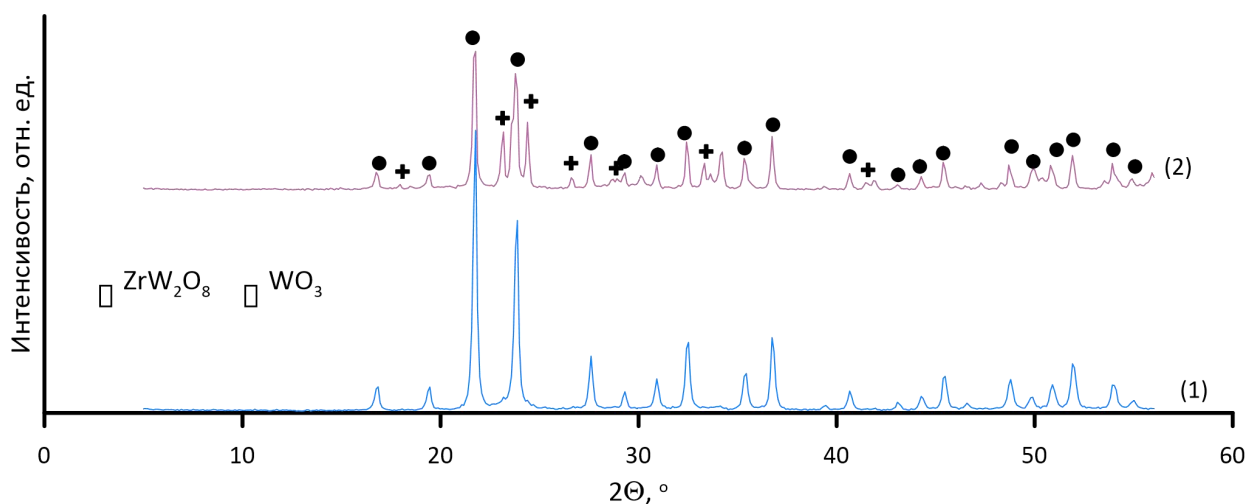


Рисунок 4.4 – Рентгенограммы порошков, отожженных при температурах (1) 550 °С и (2) 650 °С.

Видно, что на дифрактограмме порошка, отожженного при температуре 550 °С, регистрируется основной набор рефлексов, соответствующей

кубической фазе вольфрамата циркония. На дифрактограмме порошка, отожженного при 650 °С, наряду с рефлексами  $ZrW_2O_8$ , регистрируются пики, характеризующие оксид вольфрама.

Микроскопические исследования порошка, отожженного при температуре 550 °С, показали, что вольфрамат циркония наследует морфологию прекурсора  $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$ , и состоит из сросшихся частиц вытянутой формы.

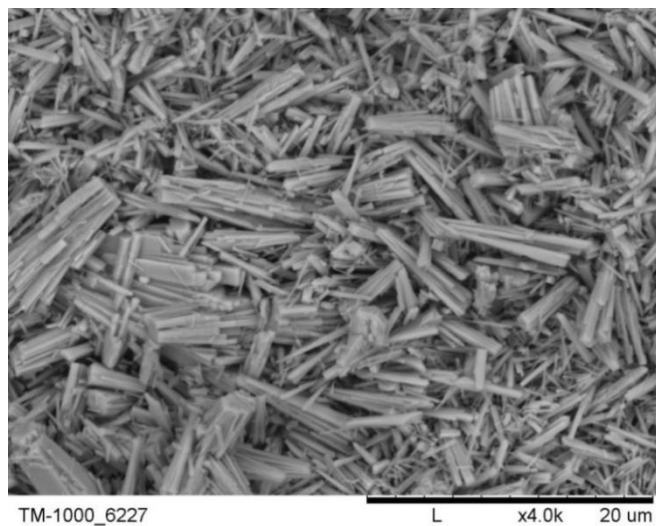


Рисунок 4.5 – РЭМ - изображение порошка, отожженного при 550 °С

# Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б71	Чжан Сюй

Школа	ИШНПТ	Отделение школы (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	бакалавриат	Направление/специальность	22.03.01 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	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды 30 %

### Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	1. Анализ конкурентных технических решений. 2. SWTO – анализ.
2. Планирование и формирование бюджета научных исследований	1. Планирование работ. 2. Разработка графика ганта. 3. Формирование бюджета затрат.
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	Описание потенциального эффекта.

### Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. Альтернативы проведения НИ
4. График проведения и бюджет НИ
5. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику **01.2.2021г.**

### Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН,ШБИП	Былкина Татьяна Васильевна	канд.экон.наук		01.02.2021г.

### Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б71	Чжан Сюй		01.02.2021г.



## **5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение**

### **5.1. Общая информация**

Целью данной исследовательской работы является разработка «Сравнения различных методов производства и различий в характеристиках продукта из вольфрамата циркония»

Основная цель этой главы - оценить перспективы развития продукта и спланировать его конечную финансовую и коммерческую ценность.

В этом разделе определены следующие задачи:

- оценка потенциала коммерческого развития;
- планирование исследовательской работы;
- рассчитать бюджет научно-исследовательских работ;
- определение ресурсов, финансов и исследования бюджетной эффективности.

### **5.2 Потенциальные потребители результатов исследований**

Используя метод сегментирования, разделим потребителей разработки. Основные критерии, по которым сегменты потребительского рынка продукции, произведенной из вольфрамата циркония: 1) географический; 2) отраслевой; 3) размер компании потребителя;

Представим компании-потребители нашей разработки:

1. Пекинская компания «Merida Technology Co.»Ltd.
2. Шанхайская международная торговая компания «Tiegao» Ltd.
3. Гуанчжоу «Gade Chemical Co.» Ltd.

### **5.3. Анализ конкурентных технических решений**

Представим результаты анализа конкурирующих разработок, существующих на рынке с целью определения конкурентоспособности разрабатываемого продукта или технологии. Для этого составлена оценочная карта. (Таблица 5.1)

Таблица 5.1 – Оценка конкурентоспособности

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
1	2	3	4	5	6	7	8
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>							
1. Повышение производительности труда пользователя	0.04	5	3	2	0.2	0.12	0.08
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0.01	3	2	3	0.03	0.02	0.03
3. Помехоустойчивость	0.04	2	3	1	0.08	0.12	0.04
4. Энергоэкономичность	0.03	1	2	2	0.03	0.06	0.06
5. Надежность	0.1	5	2	2	0.5	0.2	0.2
6. Уровень шума	0.05	5	5	3	0.25	0.25	0.15
7. Безопасность	0.02	3	1	2	0.06	0.02	0.04
8. Потребность в ресурсах памяти	0	4	4	3	0	0	0
9. Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	0.01	1	1	4	0.01	0.01	0.04
10. Простота эксплуатации	0	2	1	5	0	0	0
11. Качество интеллектуального интерфейса	0	4	1	1	0	0	0
12. Возможность подключения в сеть ЭВМ	0	4	1	1	0	0	0
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>							
1. Конкурентоспособность продукта	0.05	5	4	3	0.2	0.2	0.15
2. Уровень проникновения на рынок	0.1	5	2	2	0.5	0.2	0.2
3. Цена	0.01	4	2	3	0.04	0.02	0.03
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0.3	3	3	2	0.9	0.9	0.6
5. Послепродажное обслуживание	0.01	2	3	2	0.02	0.03	0.02
6. Финансирование научной разработки	0.01	3	3	2	0.03	0.03	0.02
7. Срок выхода на рынок	0.2	2	3	2	0.4	0.6	0.4
8. Наличие сертификации разработки	0.02	1	4	3	0.02	0.08	0.06
<b>Итого</b>	<b>1</b>	<b>64</b>	<b>50</b>	<b>48</b>	<b>3.27</b>	<b>2.85</b>	<b>2.12</b>

При оценке конкурентоспособности проекта было установлено, что проект уступал разработкам некоторых конкурентов, но при этом имел свои преимущества (частотный диапазон, время срабатывания). В целом проект имеет достаточно высокую производительность, чтобы успешно конкурировать с другими производителями вибрационного оборудования.

#### 5.4. SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта, в работе проведен SWOT-анализ с детальной оценкой сильных и слабых сторон исследовательского проекта, а также его возможностей и угроз (таблица 5.2).

Таблица 5.2 – Матрица SWOT-анализа

		Внутренние факторы	
		Сильные стороны проекта:	Слабые стороны проекта:
<b>Внешние факторы</b>		<p>С1. По сравнению с другими технологиями себестоимость продукции ниже.</p> <p>С2. Используйте современное оборудование.</p> <p>С3. Квалифицированный руководитель</p> <p>С4. Актуальность проекта</p>	<p>Сл1. Отсутствие квалифицированного персонала</p> <p>Сл2. Отсутствие оборудования для проведения экспериментов.</p> <p>Сл3. Бюджет слишком высок</p>
	<b>Возможности:</b>	<p>-Установите отношения сотрудничества со связанными компаниями и проведите совместные исследования.</p> <p>-Имея оборудование, реализуй проекты и соревнуйся с разработчиками сопутствующих технологий.</p>	<p>-Повышение стоимости обработки оборудования</p> <p>-Сотрудничать с зарубежными специалистами для повышения квалификации персонала</p>
	<b>Угрозы:</b>	<p>Повышение квалификации персонала, продолжение сопутствующих продуктов, более совершенное оборудование</p>	<p>Отсутствие соответствующего технического персонала привело к росту заработной платы, а стоимость обучения персонала слишком высока.</p>
	<p>В1. Сотрудничать с зарубежными специалистами в данной области.</p> <p>В2. Привлекайте спонсоров для получения дополнительной прибыли.</p>		
	<p>У1. Производство опасных веществ</p> <p>У2. Появление новых технологий</p> <p>У3. Ввести дополнительную национальную сертификацию схемы.</p>		

Результаты SWOT-анализа показывают, что преимущества разработанной технологии перевешивают недостатки. Эти недостатки не устранены на практике, но теоретически их уже можно устранить. Результаты анализа учтены в дальнейших исследованиях и разработках.

## 5.5. Структура работ в рамках научного исследования

Представим линейный график выполнения всех работ. Порядок этапов работ и распределение исполнителей для данной научно-исследовательской работы, приведен в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель
	2	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер, научный руководитель
Теоретические исследования	3	Проведение патентных исследований	Инженер
	4	Выбор направления исследований	Инженер
Экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Инженер, научный руководитель
	6	Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов	Инженер
	7	Сравнение экспериментальных результатов и теоретических исследований.	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Срок действия результатов оценки	Инженер
	9	Определить осуществимость исследований и разработок	Инженер, Научный руководитель
Оформление отчета по НИР	10	Составление пояснительной записки	Инженер

## 5.6. Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения

При проведении научных исследований основную часть стоимости разработки составляют трудовые затраты, поэтому определение трудоемкости проводимых работ является важным этапом составления бюджета. Расчеты временных показателей проведения научного исследования обобщены в таблице 5.4.

Таблица 5.4 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ			Длительность работ в рабочих	Длительность работ в календарны
	$t_{\min}$ , чел-дни	$t_{\max}$ , чел-дни	$t_{\text{ожс}}$ , чел-дни		

	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	дней $T_{pi}$	х дней $T_{ki}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.Составление и утверждение технического задания	2	-	3	-	2.4	-	2.4	3.5
2.Подбор и изучение материалов по теме	1	2	2	3	1,4	2	1,7	3
3.Проведение патентных исследований	-	20	-	30	-	24	24	35
4.Выбор направления исследований	-	20	-	30	-	24	24	35
5.Проведение теоретических расчетов и обоснований	-	5	-	8	-	6,2	6,2	9
6.Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов	30	60	40	80	34	68	51	75
7.Сравнение экспериментальных результатов и теоретических исследований.	-	5	-	10	-	7	7	10
8.Срок действия результатов оценки	-	45	-	55	-	49	49	72.5
9.Определить осуществимость исследований и разработок	3	8	5	10	3,8	8,8	6,3	9
10.Составление пояснительной записки	-	20	-	40	-	28	28	41
<b>Итого:</b>	36	185	50	266	41.6	217	199.6	293

Примечание: Исп. 1 – научный руководитель, Исп. 2 – инженер.

На основе таблицы 8 составлен календарный план-график выполнения проекта с использованием диаграммы Ганта (таблица 5.5).

Таблица 5.5 – Диаграмма Ганта

№	Виды работ	Исп	$T_{ki}$ , кал. дн.	Продолжительность работ											
				Июль - сентябрь			Октябрь - декабрь			январь - март			апрель		
				7	8	9	10	11	12	1	2	3	4		
1	Составление и утверждение технического задания	Исп1	2												
2	Подбор и изучение материалов по теме	Исп1 Исп2	3												
3	Проведение патентных исследований	Исп2	35												

№	Виды работ	Исп	$T_{ki}$ , кал. дн.	Продолжительность работ												
				Июль - сентябрь			Октябрь - декабрь			январь - март			апрель			
				7	8	9	10	11	12	1	2	3	4			
4	Выбор направления исследований	Исп2	43			■										
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Исп2	9				■									
6	Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов	Исп1 Исп2	75				▨									
7	Сравнение экспериментальных результатов и теоретических	Исп2	9					■								
8	Срок действия результатов оценки	Исп2	65									■				▨
9	Определить осуществимость исследований и разработок	Исп1 Исп2	9												■	
10	Составление пояснительной записки	Исп2	41												■	■

Примечание:

▨ – Исп. 1 (научный руководитель), ■ – Исп. 2 (инженер)

## 5.7. Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением.

Представим расчет потребности в материалах на НТИ в таблице в таблице 5.6.

Таблица 5.6 – Материальные затраты

Наименование материалов	Цена за ед., руб.	Кол-во, ед.	Сумма, руб.
Комплекс канцелярских принадлежностей	300	4	1 200
Картридж для лазерного принтера	3500	1	3 500
Итого:			4700

Представим расчет потребности в трудовых ресурсах для научных (экспериментальных) работ в таблице 5.7.

Таблица 5.7 – Расчет основной заработной платы исполнителей научных (экспериментальных) работ

Исполнители НИ	$Z_{mc}$ , руб	$k_{ip}$	$k_o$	$k_p$	$Z_m$ , руб	$Z_{он}$ , руб	$T_p$ , раб.дн.	$Z_{осн}$ , руб
Руководитель	30000	0,3	0,2	1,3	58500	2449	41	100409

Инженер	20000	0,3	0,2	1,3	39000	2050	217	444850
Итого:								545259

Отметим, что величину расходов по заработной плате определили с учетом трудоемкости выполняемых работ.

Таблица 5.8 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней - выходные дни - праздничные дни	52/14	104/14
Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни	48/5	24/10
Действительный годовой фонд рабочего времени	246	213

В состав основной заработной платы включается оплата по окладу, премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 30 % от оклада, работников, непосредственно занятых выполнением НИИ.

Расчеты были проведены по формулам:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп} \quad (5.7.1)$$

где  $Z_{осн}$  – основная заработная плата;  $Z_{доп}$  – дополнительная заработная плата (12-20 % от  $Z_{осн}$ ).

Основная заработная плата ( $Z_{осн}$ ) одного работника рассчитывали по формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (5.7.2)$$

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

Обратимся к расчету среднедневной заработной платы:

1. Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$Z_{дн1} = \frac{Z_M \times M}{F_D} = \frac{58500 \times 10,3}{246} = 2449 \text{ руб} \quad (5.7.3)$$

где  $Z_m$  – месячный должностной оклад работника, руб.;  $F_d$  – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дней;  $M$  – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

- при отпуске в 28 раб. дня –  $M = 11,2$  месяца, 5-дневная рабочая неделя;
- при отпуске в 56 раб. дней –  $M = 10,3$  месяца, 6-дневная рабочая неделя.

2. Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$Z_{дн2} = \frac{Z_m \times M}{F_d} = \frac{39000 \times 11,2}{213} = 2050 \text{ руб} \quad (5.7.4)$$

3. Должностной оклад работника за месяц:

– для руководителя:

$$Z_{m1} = Z_{мс1} \times (1 + k_{пр} + k_d) \times k_p = 30000 \times (1 + 0,3 + 0,2) \times 1,3 = 58500 \text{ руб} \quad (5.7.5)$$

– для инженера:

$$Z_{m2} = Z_{мс2} \times (1 + k_{пр} + k_d) \times k_p = 20000 \times (1 + 0,3 + 0,2) \times 1,3 = 39000 \text{ руб} \quad (5.7.6)$$

где  $Z_{мс}$  – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.;  $k_p$  – премиальный коэффициент, равен 0,3;  $k_d$  – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2;  $k_r$  – районный коэффициент, равен 30% (для г. Томска).

4. Представим расчет дополнительной заработной платы исполнителей темы. Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{доп1} = k_{доп} \times Z_{осн} = 0,2 \times 100409 = 20081,8 \text{ руб.} \quad (5.7.7)$$

– для инженера:

$$Z_{доп2} = k_{доп} \times Z_{осн} = 0,2 \times 444850 = 88970 \text{ руб.} \quad (5.7.8)$$

где  $k_{доп}$  – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,2).



5. Представим расчет отчислений во внебюджетные фонды (страховые отчисления). Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{внеб1} = k_{внеб} \times (Z_{осн1} + Z_{доп1}) = 0,3 \times (100409 + 20081,8) = 36147,24 \text{ руб. (5.7.9)}$$

– для инженера:

$$Z_{внеб2} = k_{внеб} \times (Z_{осн1} + Z_{доп1}) = 0,3 \times (444850 + 88970) = 160146 \text{ руб (5.7.10)}$$

где  $k_{внеб}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2020 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ).

В накладные расходы включены прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов. Величина накладных расходов определяется по формуле

$$Z_{накл} = (\text{сумма статей 1+7}) \cdot k_{пр}, \quad (5.7.11)$$

где  $k_{пр}$  – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величина коэффициента принимается равной 0,16.

На основе представленных выше результатов расчета потребности в ресурсах составим бюджет затрат проекта (таблица 5.9).

Таблица 5.9 – Бюджет затрат проекта

№	Наименование статьи	Сумма, руб.		
		Текущий Проект	Исп.2	Исп.3
1	Материальные затраты НИР	4700	9548.15	4850
2	Затраты на специальное оборудование	0	0	0
3	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	525259	418654	672055

4	Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	109051.8	78250	78250
5	Отчисления во внебюджетные фонды	196293.24	154805	154805
6	Накладные расходы	133648.646	105801.144	145593.6
Бюджет затрат НИР		968952.686	767058.294	1055553.6

### 5.8. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

В процессе оценки сметы трех вариантов проведения исследования был получен общий показатель финансовой эффективности исследования. С этой целью индекс наивысшего балла, достигнутого техническим заданием, используется в качестве основы для расчета (в качестве знаменателя) и связан с финансовой стоимостью всех вариантов реализации.

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (5.8.1)$$

где  $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$  – интегральный финансовый показатель разработки;  $\Phi_{pi}$  – стоимость  $i$ -го варианта исполнения;  $\Phi_{\text{max}}$  – максимальная стоимость исполнения.

$$\Phi_{\text{текущ.проект}} = 968952.686 \text{ руб.}, \Phi_{\text{исп.1}} = 767058.294 \text{ руб.}, \Phi_{\text{исп.2}} = 1055553.6 \text{ руб.} \quad (5.8.2)$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{текущ.проект}} = \frac{\Phi_{\text{текущ.проект}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{968952.686}{1525383.3} = 0.635 \quad (5.8.3)$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.3}} = \frac{\Phi_{\text{исп.3}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{1055553.6}{767058.294} = 1.376 \quad (5.8.4)$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.2}} = \frac{\Phi_{\text{исп.2}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{767058.294}{767058.294} = 1 \quad (5.8.5)$$

В результате расчета консолидированных финансовых показателей по трем вариантам разработки вариант 1 (текущий проект) с меньшим перевесом признан считается более приемлемым с точки зрения финансовой эффективности.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов выполнения НИР ( $I_{pi}$ ) определен путем сравнительной оценки их характеристик, распределенных с учетом весового коэффициента каждого параметра (таблица 5.10).

Таблица 5.10 – Сравнительная оценка характеристик вариантов НИР

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Требования проекта	Исп.2	Исп.3
1.Безопасность при использовании установки	0,2	4	4	3
2. Стабильность работы	0,15	4	4	5
3. Технические характеристики	0,2	4	4	4
4. Механические свойства	0,3	5	4	4
5. Материалоёмкость	0,15	5	4	5
ИТОГО	1			

Расчет интегрального показателя для разрабатываемого проекта:

$$I_p^{\text{текущ.проект}} = 0,2 \times 4 + 0,15 \times 4 + 0,2 \times 4 + 0,3 \times 5 + 0,15 \times 5 = 4.45 \quad (5.8.6)$$

$$I_p^{\text{исп.2}} = 0,2 \times 4 + 0,15 \times 4 + 0,2 \times 4 + 0,3 \times 4 + 0,15 \times 4 = 4 \quad (5.8.7)$$

$$I_p^{\text{исп.3}} = 0,2 \times 3 + 0,15 \times 5 + 0,2 \times 4 + 0,3 \times 4 + 0,15 \times 5 = 4.1 \quad (5.8.8)$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки вычисляется на основании показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{\text{исп.i}} = \frac{I_{p-\text{исп.i}}}{I_{\text{финр.i}}} \quad (5.8.9)$$

$$I_{эф.текущ.проект} = \frac{I_p^{текущ.проект}}{I_{финр}^{текущ.проект}} = \frac{4,45}{0,635} = 7,01 \quad (5.8.10)$$

$$I_{эф.исп.2} = \frac{I_p^{исп.2}}{I_{финр}^{исп.2}} = \frac{4}{1} = 4 \quad (5.8.11)$$

$$I_{эф.исп.3} = \frac{I_p^{исп.3}}{I_{финр}^{исп.3}} = \frac{4,1}{1,376} = 2,98 \quad (5.8.12)$$

Далее интегральные показатели эффективности каждого варианта НИР сравнивались с интегральными показателями эффективности других вариантов с целью определения сравнительной эффективности проекта (таблица 5.11).

Таблица 5.11 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,635	1	0,047
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,45	4	4
3	Интегральный показатель эффективности	7,01	4	11,46
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	0,56	0,72

Сравнение среднего интегрального показателя сопоставляемых вариантов позволило сделать вывод о том, что наиболее финансово- и ресурсоэффективным является вариант 1 (текущий проект). Наш проект является более эффективным по сравнению с конкурентами.

## **Выводы по разделу**

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

1. Результатом анализа конкурентных технических решений является выбор одного из вариантов реализации НИР как наиболее подходящего и оптимального по сравнению с другими.

2. В ходе планирования для руководителя и инженера был разработан график реализации этапа работ, который позволяет оценивать и планировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество календарных дней для выполнения работ составляет 293 день; общее количество дней, в течение которых работал инженер, составляет 217 дней; общее количество дней, в течение которых работал руководитель, составляет 41 дней;

3. Для оценки затрат на реализацию проекта разработан проектный бюджет, который составляет 968952.686 руб;

4. Результат оценки эффективности ИР показывает следующие выводы:

1) значение интегрального финансового показателя ИР составляет 0,635, что является показателем того, что ИР является финансово выгодной по сравнению с аналогами;

2) значение интегрального показателя ресурсоэффективности ИР составляет 4,45, по сравнению с 4 и 4,;

3) значение интегрального показателя эффективности ИР составляет 7,01, по сравнению с 4 и 11,46, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в ИР, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа 154Б71	ФИО Чжан Сюй
------------------	-----------------

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	Материаловедение
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	12.03.04 Материаловедение и технология материалов

**Тема дипломной работы:**

<b>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения)</li> </ul> <p><b>Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>• организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	<p>Объект исследования – материал с отрицательным термическим расширением вольфрамат циркония. <math>ZrW_2O_8</math> широко используется в композиционных материалах на основе металлов, композиционных материалах на керамической основе, композиционных материалах на основе цемента и композиционных материалах на основе полиамидных смол.</p>
<b>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</b>	
<p><b>1. Производственная безопасность</b></p> <p><b>Анализ показателей шума и вибрации</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• установление соответствие показателей нормативному требованию;</li> </ul> <p><b>Анализ показателей микроклимата</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• показатели температурные, скорости движения воздуха, запыленности.</li> </ul> <p><b>Анализ освещенности рабочей зоны</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• типы ламп, их количество, соответствие нормативному требованию освещенности;</li> <li>• при расчете освещения указать схему размещения светильников на потолке согласно проведенному расчету.</li> </ul> <p><b>Анализ электробезопасности</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• наличие электроисточников, характер их опасности;</li> <li>• установление класса электроопасности помещения, а также безопасные номиналы тока, напряжения, сопротивления заземления.</li> <li>• при расчете заземления указать схему размещения заземлителя согласно проведенному расчету.</li> </ul> <p><b>Анализ пожарной безопасности</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• присутствие горючих материалов, тем самым, присутствие повышенной степени пожароопасности.</li> <li>• категории пожароопасности помещения, марки огнетушителей, их назначение.</li> <li>• Разработать схему эвакуации при пожаре.</li> </ul> <p><b>2. Экологическая безопасность:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• защита селитебной зоны</li> <li>• анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы);</li> <li>• анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы);</li> </ul>	<p><b>Для всех случаев вредных и опасных факторов</b> на рабочем месте указать ПДУ, ПДД, допустимые диапазоны существования, в случае превышения этих значений:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• перечислить средства коллективной и индивидуальной защиты;</li> <li>• привести классы электроопасности помещений, а также безопасные номиналы тока, напряжения, сопротивления заземления,</li> <li>• категорию пожароопасности помещения,</li> <li>• марки огнетушителей, их назначение.</li> </ul> <p>При отклонении показателя предложить мероприятия.</p> <p>Наличие отходов (металлическая стружка, абразивная пыль, черновики бумаги, отработанные картриджи принтера, обрезки электромонтажных проводов) потребовали</p>

<ul style="list-style-type: none"> <li>• анализ воздействия объекта на литосферу (отходы);</li> <li>• разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.</li> </ul>	<p>разработки методов (способов) утилизации перечисленных отходов. Наличие радиоактивных отходов также требует разработки их утилизации.</p>
<p><b>3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения;</li> <li>• выбор наиболее типичной ЧС;</li> <li>• разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</li> <li>• разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.</li> </ul>	<p>Рассматриваются 2 ситуации ЧС: 1) природная – сильные морозы зимой; 2) техногенная – исключить несанкционированное проникновение посторонних на рабочее место (большая вероятность проведения диверсии). Предусмотреть мероприятия по обеспечению устойчивой работы производства в том и другом случае.</p>
<p><b>4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>• организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	<p>Приведены:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• перечень НТД, используемых в данном разделе,</li> <li>• схема эвакуации при пожаре,</li> <li>• схема размещения светильников на потолке согласно проведенному расчету.</li> </ul>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	26.02.2021 г.
--	---------------

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ТПУ	Сечин Александр Иванович	Д.т.н.		26.02.2021 г.

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б71	Чжан Сюй		26.02.2021 г.

## **6. Социальная ответственность**

### **Введение**

Обеспечение безопасности и здоровья рабочих на работе является одним из национальных приоритетов. Для решения задач улучшения условий и безопасности труда, промышленной и экологической безопасности внедряется специальная система оценки условий труда. Совершенствуются система и методы предварительного медицинского осмотра работников, занятых в опасных и опасных условиях труда, совершенствуется система обеспечения работников современными средствами индивидуальной защиты.

Объектом исследования является вольфрамат циркония с отрицательным термическим расширением. В процессе исследования необходимо предусмотреть некоторые меры и средства для обеспечения безопасности, здоровья и работоспособности исследователей, поскольку он может подвергаться воздействию вредных веществ, света и т. шум, вибрация, ионизирующее излучение, духовные и такие факторы, как повышенный нейропсихологический стресс.

В разделе «Социальная ответственность» рассматриваются промышленная безопасность, региональная безопасность, организационные меры по обеспечению безопасности, законодательные особенности проектных решений, безопасность при чрезвычайных ситуациях, охрана окружающей среды и чрезвычайные ситуации, связанные с данной выпускной квалификационной работой.



## **6.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности**

Специальные правовые нормы трудового законодательства.

При производстве необходимо соблюдать требования Трудового кодекса Российской Федерации от 30 декабря 2001 г. N197-ФЗ (с изменениями с 1 апреля 2019 г.). В соответствии с приказом Минздравсоцразвития РФ от 12 апреля 2011 года необходимо проводить обязательные предварительные (вступительные) и периодические медицинские осмотры работников, выполняющих тяжелые работы. Рабочее место должно быть хорошо адаптировано к рабочей деятельности сотрудников, должно быть правильно и удобно организовано с точки зрения пространства, планировки и размера, чтобы обеспечить сотрудникам удобное рабочее положение.

Работайте в опасных или опасных условиях труда. Рабочее место лаборатории максимально приближено к требованиям ГОСТ 12.2.032-78. Руководствуясь техническим регламентом о безопасности средств индивидуальной защиты от 24 декабря 2009 г., поскольку данная работа предусматривает взаимодействие с опасными веществами, также приняты меры по минимизации вредного воздействия на организм человека (средства индивидуальной защиты, работа и работа. Описание места). Во избежание несчастных случаев сотрудники должны пройти обучение и проверить их знания.

## **6.2. Производственная безопасность**

В этом разделе анализируются вредные и опасные факторы, которые могут появиться в процессе лабораторных исследований, при разработке или эксплуатации проектного решения.

Для выявления потенциальных факторов необходимо использовать ГОСТ 12.0.003-2015 «Факторы производства опасные и вредные. Классификация». Перечень типичных опасностей и вредных факторов в среде проектирования и производства должен быть приведен в виде таблицы 6.1.

Таблица 6.1 – Возможные вредные и опасные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003- 2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Раз	Изг	Экс	
1.Индекс шума и вибрации	+	+	+	ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ. Оборудование производственное. Общие эргономические требования
2.Показатели микроклимата	-	+	+	ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.
3.Освещение рабочей зоны	+	+	+	ГОСТ 12.1.029-80 ССБТ. Средства и методы защиты от шума. Классификация.
4.Электрическая безопасность	+	+	+	ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны. ГОСТ 12.1.030-81 ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление.

### 6.2.1.Анализ условий труда на рабочем месте

#### Уровень шума

Источником таких вредных факторов может быть внешняя среда и шаровая мельница. Повышенный уровень шума отрицательно скажется на работе рабочих, увеличит вероятность проблем со слухом, снизит уровень координации рабочих при выполнении любой работы и может привести к различным видам несчастных случаев. Этот фактор классифицируется как физическая опасность. Согласно ГОСТ 12.1.003–2014 ССБТ и СН 2.2.4 / 2.1.8.562-96 этот вид работ отнесен к научной деятельности, уровень шума не должен превышать 86 дБ, а частота - 32 Гц. Во время работы следуйте инструкциям по заданию. Уровень шума в рабочей лаборатории не должен превышать пределы, указанные в ГОСТе.

#### Температура на рабочем месте

Источником таких вредных факторов могут быть внешние погодные условия, частота и продолжительность работы системы вентиляции помещения,

а также правильная работа системы отопления. Этот фактор классифицируется как физическая опасность. Такие вредные факторы приведут к снижению производительности сотрудников, а также могут стать катализатором возникновения различных заболеваний, связанных с простудой. Лаборатория должна соответствовать требованиям СанПиН 2.2.4-548-96 и поддерживать температуру воздуха 20-23 ° С.

### **Запылённость**

Источником этого вредного фактора являются вредные вещества, образующиеся при получении вольфрамата циркония методом сжигания. Этот фактор классифицируется как физическая опасность. Воздействие наночастиц пыли на людей очень серьезно - это респираторные заболевания, при этом увеличивается вероятность внутренних повреждений, аллергии и раздражения. Чтобы свести к минимуму этот вредный фактор, лаборатория принимает следующие меры: с порошком необходимо обращаться осторожно; при вентиляции помещения следует исключить порошок, непосредственно подверженный воздействию воздуха, и во время операции необходимо надевать соответствующую защитную маску, чтобы предотвращать попадание пыли через дыхательные пути в организм.

### **Влажность**

Источником этого вредного фактора является то, что лаборатория находится в подвале и других экспериментальных помещениях. Повышенная влажность будет иметь следующие последствия для рабочих: увеличивает вероятность развития кожных заболеваний. Кроме того, высокая влажность увеличивает вероятность того, что используемые материалы станут непригодными для использования. Присутствие большого количества воды в воздухе может вызвать непреднамеренные фазовые изменения, образование новых соединений, загрязняющих чистые порошки, образование агломератов и

расслоение некоторых материалов. Согласно СанПиН 2.2.4.548-96 лучшая влажность воздуха в холодном климате составляет 60-40%.

### **Недостаточное освещение в рабочей зоне**

Источником этого фактора является искусственное освещение. Низкая освещенность может вызвать нарушение зрения у сотрудников и такие заболевания глаз, как астигматизм и миопия. Этот фактор классифицируется как физическая опасность. Хорошее освещение в комнате очень важно для изучения структуры материалов. Согласно СП 52.13330.2016 зрительная работа отличается очень высокой точностью, зрительная работа - II класс, а лучшая освещенность - 400 люкс (система общего освещения). Данная спецификация полностью реализована в рабочей лаборатории.

### **6.2.2. Анализ опасных факторов**

#### **Пожароопасность**

Источником этого фактора может быть неосторожное использование оборудования рабочими или старение оборудования, вызвавшее короткое замыкание. Это просто физическая опасность. Чтобы избежать этой аварии, лаборатория должна принять следующие меры, чтобы гарантировать, что персонал не подвергнется воздействию опасных факторов: 1. Используйте схемы планирования пространства для ограничения распространения огня; 2. Проектируйте безопасные каналы эвакуации, чтобы гарантировать, что рабочие столкнутся с опасными факторами. Как можно быстрее эвакуироваться из ситуаций; 3. Обучить рабочих использованию автоматических и автономных устройств пожаротушения для защиты лаборатории и оборудования при реагировании на незначительные бедствия без ущерба для личной безопасности; 4. Своевременно организовывать мероприятия по популяризации знаний о пожаротушении.

#### **Электрическая безопасность**

Источником этого фактора является использование электроприборов. Этот фактор считается физической опасностью. Чтобы избежать этой опасности, лаборатория должна принять следующие меры безопасности в соответствии с указанными стандартами: 1. Защитное заземление; 2. Защитное отключение; 3. Устройство электрической изоляции; 4. Организовать сотрудников для участия в обучении по электробезопасности.

### **6.3. Экологическая безопасность**

В этом разделе исследуется природа воздействия проектного решения на окружающую среду.

Под экологической безопасностью понимается допустимый уровень опасности для окружающей среды, вызванной природными и человеческими факторами, оказывающими негативное воздействие на окружающую среду и человека. Целью данной работы является получение порошкового материала вольфрамата циркония с отрицательными характеристиками теплового расширения. Производственный процесс вызовет загрязнение окружающей среды.

Решения по охране окружающей среды:

Защита литосферы

Утилизация отходов должна осуществляться в соответствии с "Санитарными правилами порядка накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов" (N 8180-84 от 28.12.84). Твердые отходы, а также порошковые системы собираются в специальные сборники и увозятся для уничтожения.

Защита атмосферы

Ежедневно проводить влажную уборку и проветривание помещений на рабочем месте, обрабатывать загрязнения в специальном оборудовании и очищать их с помощью рукавных фильтров перед выгрузкой.

Защита гидросферы

При работе мойка оборудования после эксперимента является основным источником сточных вод. Для создания замкнутой системы водоснабжения промышленные сточные воды очищаются до необходимого качества механическими, химическими, физико-химическими, биологическими и термическими методами. Используйте экстракцию, ректификацию, абсорбцию, обратный осмос, ультрафильтрацию и другие методы для очистки сточных вод от органических растворителей.

#### **6.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

В работе будут присутствовать вредные и опасные производственные факторы. Опасные факторы при выполнении этой работы: 1. Шум и вибрация лабораторного оборудования при работе; 2. Отклонение параметров лабораторного микроклимата; 3. Недостаточное освещение в рабочей зоне; 4. Поражение электрическим током при работе оборудования; 5. Воздействие токсичных веществ; 6. Короткое замыкание, вызванное старением оборудования, вызывает пожар.

При проектировании лаборатории, во-первых, учитывайте возможность аварийных ситуаций и проектирование путей быстрого реагирования и эвакуации, а во-вторых, обратите внимание на защиту окружающей среды. Конструкция разделения рабочей зоны может позволить рабочим предотвратить распространение огня, изолировав определенную зону при обнаружении пожара или других опасностей. Установите порошковые огнетушители и пожарную сигнализацию в лабораториях и коридорах, и каждая мастерская должна быть оборудована набором планов эвакуации для выхода из здания. Кроме того, следует регулярно проводить учения по эвакуации при пожаре, чтобы быстро эвакуироваться из здания.

Другой возможной нештатной ситуацией может стать мороз. Причина заключалась в том, что лаборатория находилась в Сибири. Чтобы свести к минимуму возможность возникновения такой аварийной ситуации в лаборатории, есть два масляных обогревателя ValluBOH / CL-09, которые также

можно использовать при выходе из строя системы отопления здания или пола лаборатории. В случае выхода оборудования из строя любые запланированные работы откладываются до тех пор, пока система отопления не заработает стабильно.

Чрезвычайные ситуации техногенного разрушения также становятся все более распространенными. Чтобы защитить ценное оборудование лаборатории от потери и повреждения, а также личную безопасность персонала, чтобы предотвратить возможность таких инцидентов, здание должно быть оборудовано полной системой видеонаблюдения и круглосуточной охраной персонала, а также должно быть установлено. контроль доступа.

### **Выводы по разделу**

В этой части дипломного проекта анализируются опасности, опасности и чрезвычайные ситуации, связанные с материалом вольфрамата циркония с отрицательным тепловым расширением в процессе производства. Наиболее опасными и вредными факторами являются: шум, недостаточный свет и повышенная запыленность. Циркуляция воздуха в рабочей зоне.

Разработаны меры безопасности по предотвращению травм и ожогов, применены электроизоляционные устройства, рассчитано общее освещение, разработаны меры пожарной безопасности. В соответствии с требованиями охраны окружающей среды приняты защитные меры для атмосферы, гидросферы и литосферы.

## Заключение

В ходе выполнения работы показано, что получение монофазного прекурсора  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  протекает в условиях гидротермального синтеза при следующих параметрах:

1) концентрация соляной кислоты 2,67 моль/л в исходной растворе результате;

2) продолжительность гидротермальной реакции – 36 часов;

3) температура гидротермальной реакции – 110 °С.

Порошок  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  состоит из частиц вытянутой формы, средний размер которых составил менее 100 нм.

Порошок  $ZrW_2O_8$  получен путем разложения  $ZrW_2O_7(OH,Cl)_2 \cdot 2H_2O$  при температуре 550 °С.

Морфология порошка  $ZrW_2O_8$  представлена частицами вытянутой формой со средним размером не более 100 нм.



## Список литературы

- 1) Du Xueli, Tian Hua, Guo Ruisong et al. Synthesis and characteristics of a new type of material  $ZrW_2O_8$  with a negative expansion coefficient // Journal of Tianjin Institute of Technology: A. - 2002. - Т. 18. - P.64-66, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492820323989>
- 2) Li Shuhuan, Zhao Xinhua. New heat shrinkable compounds and materials // Rare metals and cemented carbides: A. - 2002. - Т. 30. - P.24-27, <http://open.oriprobe.com/issues/425310/toc.htm>
- 3) Tang Qiangqiang, Zhang Zhongtai, Fan Keming. Progress in research on composite oxide materials with negative thermal expansion // Functional Materials: A. - 2003. - Т. 34. - P.353-356, <https://europemc.org/article/med/30013970>
- 4) Sun Yibin, Wu Zhang. Study of a wavelength reference device with a fiber grating based on a material with negative thermal expansion // Measuring technology: A. - 2016. - Т. 36. - P.23-27, <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5228033/>
- 5) Дедова Елена Сергеевна. Структура и свойства вольфрамата циркония и Al –  $ZrW_2O_8$  псевдосплавов // Институт физики прочности и материаловедения СО РАН: A. - 2014. - Т. 12. - P.160, <http://www.dslib.net/materialo-vedenie/struktura-i-svoystva-volframata-cirkonija-i-al-zrw2o8-psevdosplavov.html>
- 6) J. Graham, A. D. Wadsley, J. H. Weymouth, L. S. Williams. A New Ternary Oxide,  $ZrW_2O_8$  // J. Am. Ceram. Soc: A. - 1959. - Т. 42. - P.570, <https://publications.csiro.au/rpr/pub?list=BRO&pid=procite:fb89a3b5-61c3-43ed-a1c3-2b7873e04bcd>
- 7) T. A. Mary, J. S. O. Evans, T. Vogt, A. W. Sleight Negative Thermal Expansion From 0.3 To 1050 Kelvin In  $ZrW_2O_8$  // Science: A. - 1996. - Т. 272. - P.90-92,

- [https://www.researchgate.net/publication/235233503\\_Negative\\_Thermal\\_Expansion\\_From\\_03\\_to\\_1050\\_Kelvin\\_in\\_ZrW2O8](https://www.researchgate.net/publication/235233503_Negative_Thermal_Expansion_From_03_to_1050_Kelvin_in_ZrW2O8)
- 8) J. S. O. Evans, W. I. F. David, A. W. Sleight. Structural Investigation Of The Negative-Thermal-Expansion Materials  $ZrW_2O_8$  // *Acta Crystallographica: A*. - 1999. - T. 330. - P.333-340, <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10927375/>
  - 9) J. S. O. Evans. Negative Thermal Expansion Materials // *The Royal Society Of Chemistry, Dalton Trans: A*. - 1999. - T. 37. - P.3317-3326, <https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/1999/dt/a904297k>
  - 10) Chang L L Y, Scroger M G, Phillips B. Con-densed phase relations in the systems  $ZrO_2-WO_2-WO_3$  and  $HfO_2-WO_2-WO_3$  // *J. Am. Ceram.Soc: A*. - 1967. - T. 50. - P.211-213, <https://ceramics.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1151-2916.1967.tb15084.x>
  - 11) Nakaji ma N, et al. Synthesis and physical properties of negative thermal expansion materials  $Zr_{1-x}M_xW_2O_8-y$  (M=Sc, In, Y) substituted for Zr(IV) sites by M(III) ions: *A*. - 2003. - T. 128. - P.193-196, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0038109803005258?via%3Dihub>
  - 12) Шен Ронг, Бай Хайлун и др // *Журнал Куньминского университета науки и технологий: A*. - 2006. - T. 26. - P.116, [https://nsk.blizko.ru/products/94549696-preparat\\_dlya\\_potentsii\\_zolotoy\\_olen\\_shen\\_rong\\_san\\_shen\\_bao\\_10\\_sht](https://nsk.blizko.ru/products/94549696-preparat_dlya_potentsii_zolotoy_olen_shen_rong_san_shen_bao_10_sht)
  - 13) Kameswari U, et al. *Int J Inorg Mater* // *A*. - 2000. - T. - 2. - P.333-337, <https://www.springer.com/journal/10789>
  - 14) Mary T A, Evans J S O. Negative Thermal Expansion from 0.3 to 1050 Kelvin in  $ZrW_2O_8$ . *Science* // *A*. - 1996. - T. - 272. - P.90, <https://science.sciencemag.org/content/272/5258/90.abstract>
  - 15) Alexandra K A, et al. Origin of the negative thermal expansion in  $ZrW_2O_8$  and  $ZrV_2O_7$ . *J Phys Condens Matter* // *A*. - 1996. - T. - 8. - P.10973, <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0953-8984/8/50/023/meta>

- 16) Matthew G, et al. Negative Thermal Expansion in  $ZrW_2O_8$  : Mechanisms, Rigid Unit Modes, and Neutron Total Scattering // *Phys Rev Lett: A.* - 2005. - T. - 95. - P.255501, <https://journals.aps.org/prl/abstract/10.1103/PhysRevLett.95.255501>
- 17) Graham J, Wadsley A D, Weymouth J H, et al. A new ternary oxide,  $ZrW_2O_8$ . // *J Am Ceram Soc: A.* - 1959. - T. - 42. - P.570, <https://publications.csiro.au/rpr/pub?list=BRO&pid=procite:fb89a3b5-61c3-43ed-a1c3-2b7873e04bcd>
- 18) Cheng Xiaonong, Sun Xiujuan, Yang Juan, et al. Synthesis of  $ZrW_2O_8$  Powder with Negative Thermal Expansion by Solid Phase Method. // *Jiangsu University Journal (Life Science Edition): A.* - 2005. - T. - 2005. - T. - 26. - P.350-353, [http://en.cnki.com.cn/Article\\_en/CJFDTOTAL-JSLG200504018.htm](http://en.cnki.com.cn/Article_en/CJFDTOTAL-JSLG200504018.htm)
- 19) Liu Qinqin, Yang Juan, Sun Xiujuan et al. Preparation of ultrafine  $ZrW_2O_8$  powder by solid-phase method and its negative characteristics of thermal expansion. // *Materials Science: A.* - 2006. - T. - 38. - P.147, <https://open.metu.edu.tr/bitstream/handle/11511/18456/index.pdf?sequence=1>
- 20) Tong Lingsong, Fan Jianzhong, Xiao Bolu et al. Influence of the sintering process on the purity of  $ZrW_2O_8$  synthesized by the solid phase method. // *RareMetals: A.* - 2008. - T. - 32. - P.38-42, <https://www.cjmr.org/EN/10.11901/1005.3093.2015.729>
- 21) Liang Erjun, Zhou Hongying. Synthesis method of zirconium tungstate material with negative thermal expansion coefficient. // *Chinese patent: A.* - 2007. - T. - 3. - P.7, <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5448970/>
- 22) Mancheva MN, Iordanova R S, Dimitriev I Y, et al. Direct synthesis of metastable nanocrystalline  $ZrW_2O_8$  by a melt-quenching method. // *Phy Chem C: A.* - 2007. - T. - 111. - P.14945-14947, [https://ipc.bas.bg/media/DOCUMENTI/Godishni\\_otcheti/Citations\\_2011.pdf](https://ipc.bas.bg/media/DOCUMENTI/Godishni_otcheti/Citations_2011.pdf)
- 23) Kameswari U, Sleight A W, Evans J S O. Rapid synthesis of  $ZrW_2O_8$  and related phases and structure refinement of  $ZrW_2MoO_8$ . // *InterJofInorg Mater: A.*

- 2000. - T. - 2. - P.333-337,  
<https://www.infona.pl/resource/bwmeta1.element.elsevier-b5b52948-03fc-34ea-9e07-efa5ecbcf0ff>
- 24) Wilkinson A P, Lind C, Pattannik S A. New polymorph of  $ZrW_2O_8$  and Mo-substituted  $ZrW_2O_8$ . // *Solid State Chem: A.* - 1998. - T. - 139. - P.424-426,  
[http://earchive.tpu.ru/bitstream/11683/63241/1/doi.org\\_10.1088\\_1742-6596\\_1611\\_1\\_012037.pdf](http://earchive.tpu.ru/bitstream/11683/63241/1/doi.org_10.1088_1742-6596_1611_1_012037.pdf)
- 25) Closmann C, Sleight A W. Low-temperature synthesis of  $ZrW_2O_8$  and Mo-substituted  $ZrW_2O_8$ . // *Solid State Chem: A.* - 1998. - T. - 139. - P.428-430,  
[https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig\\_q=RN:30010521](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:30010521)
- 26) Yang Xuehua, Cheng Xiaonong, Zhang Meifeng et al. Investigation of the synthesis of submicron  $\alpha$ - $ZrW_2O_8$  by the sol-gel method. // *Materials Science: A.* - 2006. - T. - 47. - P.47-54, <https://www.x-mol.com/paper/1254581619064201216?recommendPaper=6009334>
- 27) Sun Xiujuan, Yang Juan, Liu Qinqin, et al. Preparation of ultrafine  $ZrW_2O_8$  powder with negative thermal expansion by the sol-gel method. // *Functional Materials: A.* - 2006. - T. - 37. - P.1768-1777,  
<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cm000788k>
- 28) Dong C. PowderX: Windows-95-based program for powder X-ray diffraction data processing. // *J Appl Cryst: A.* - 1999. - T. - 32. - P.838,  
<http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S0021889899003039>
- 29) Yang Xuehua, Yang Xinbo, Cheng Xiaonong et al. Synthesis of high purity negative thermal expansion  $ZrW_2O_8$  powder by combustion method. // *Journal of the China Ceramic Society: A.* - 2006. - T. - 34. - P.1066-1074,  
<https://www.jmst.org/EN/abstract/abstract19009.shtml>
- 30) Evans J S O, Hu Z, Jorgensen J D, et al. Compressibility, phase transitions, and oxygen migration in zirconium tungstate,  $ZrW_2O_8$ . // *Science: A.* - 1997. - T. - 275. - P.61-65, <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/8974391/>
- 31) Kong Xiangyang, Wu Jiansheng, Zeng Zhenpeng et al. Microwave fusion, characterization and negative expansion of  $ZrW_2O_8$ . // *Journal of The Chinese*

- Ceramic Society: A. - 1999. - T. - 27. - P.265-269, <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ic402525w>
- 32) A. W. Sleight, J. C. Haygarth. Low – temperature synthesis of  $ZrW_2O_8$  and Mo–substituted  $ZrW_2O_8$ . // Journal of Solid State Chemistry: A. - 1998. - T. - 139. - P.424-426, <https://www.nature.com/articles/s41598-018-23529-6>
- 33) U. Kameswari, A. W. Sleight, J. S. O. Evans. Rapid in situ reactive sintering and properties of  $ZrO_2$ - $ZrW_2O_8$  composites. // Inter. J. Inorg. Mater: A. - 2000. - T. - 2. - P.333-337, <https://www.scientific.net/AMR.535-537.42>
- 34) Deng Xuebin, Zhao Xinhua, Han Jingsa. Preparation of  $ZrW_2O_8$  type compounds by acid steam hydrothermal precursor thermal decomposition method. // Chinese Journal of Inorganic Chemistry: A. - 2005. T. - 21. - P.1357-1362, <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ic50072a012>
- 35) Christina D M, Van D I, Hoste S. Synthesis of the negative thermal expansion compound  $ZrW_2O_8$  by the spray drying technique. // Engineering Materials: A. - 2002. - T. - 206. - P.11-14, <https://biblio.ugent.be/publication/162308>
- 36) Xiao Z J, Cheng X N, Yan X H. Effect of post-deposition annealing on  $ZrW_2O_8$  thin films prepared by radio frequency magnetron sputtering. // Surface & Coatings Technology: A. - 2007. - T. - 201. - P.5560-5563, <https://ma.x-mol.com/paper/1397697451735367680>
- 37) Liang E J, Wu TA, Yuan B, et al. Synthesis, microstructure and phase control of zirconium tungstate with a  $CO_2$  laser. // J Phys D: A. - 2007. - T. - 40. - P.3219-3223, [https://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig\\_q=RN:38083502](https://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:38083502)
- 38) Kameswari, U., Sleight, A.W., and Evans, J.S.O. Rapid synthesis of  $ZrW_2O_8$  and related phases, and structure refinement of  $ZrW_2MoO_8$ . // International Journal of Inorganic Materials: A. - 2000. - T. - 2. - P.333-337, <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja992569%2B>
- 39) Colin, J.A., Camper, D.V., Gates, S.D., Simon, M.D., Witker, K.L. Zirconium tungstate hydroxide hydrate revisited: Crystallization dependence on halide and hydronium ions. // Journal of Solid State Chemistry: A. - 2007. - T. - 180. - P.3504-3509, <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ja101475f>

- 40) Kozy, L.C., Tahir, M.N., Lind, C., and Tremel, W. Particle size and morphology control of the negative thermal expansion material cubic zirconium tungstate. // *Journal of Materials Chemistry: A*. - 2009. - T. 19. - P.2760-2765,  
<https://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleLanding/JM/2009/B820014A#!divAbstract>
- 41) Xing, Q., Xing, X., Yu, R., Du, L., Meng, J., Luo, J., Wang, D., and Liu, G. Single crystal growth of  $ZrW_2O_8$  by hydrothermal route. // *Journal of Crystal Growth: A*. - 2005. - T. - 283. - P.208-214,  
[http://earchive.tpu.ru/bitstream/11683/5208/1/bulletin\\_tpu-2014-324-3-04.pdf](http://earchive.tpu.ru/bitstream/11683/5208/1/bulletin_tpu-2014-324-3-04.pdf)
- 42) Xing, X., Xing, Q., Yu, R., Meng, J., Chen, J., and Liu, G., Hydrothermal synthesis of  $ZrW_2O_8$  nanorods. // *Physica B: Condensed Matter: A*. - 2006. T. - 371. - P.81-84, <https://www.journals.elsevier.com/physica-b-condensed-matter>
- 43) Colin, J.A., Camper, D.V., Gates, S.D., Simon, M.D., Witker, K.L., and Lind, C., Zirconium tungstate hydroxide hydrate revisited: Crystallization dependence on halide and hydronium ions. // *Journal of Solid State Chemistry: A*. - 2007. - T. - 180. - P.3504-3509,  
<https://open.metu.edu.tr/bitstream/handle/11511/20475/index.pdf?sequence=1>