

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа природных ресурсов
 Направление подготовки 18.04.01.Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Синтез диэтиленгликольтерефталата

УДК 678.674'524'420-13

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Шарипов Зиннур		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ИШХБТ	Новиков В. Т.	К.Х.Н		

Консультант от ООО «НИОСТ»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
м.н.с. Дирекция полимеров Лаборатория синтеза полимеров, аспирант ИШ ХМБТ ТПУ	Еремкин С. М.			

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Креницына З. В.	К.Т.Н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент ООД	Немцова О. А.			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Казьмина О. В.	Д.Т.Н.		

Планируемые результаты обучения по ООП

Код результата	Результат обучения
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Применять <i>глубокие</i> естественнонаучные, математические и инженерные <i>знания</i> для создания <i>новых</i> материалов
P2	Применять <i>глубокие знания</i> в области современных технологий химического производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач
P3	Ставить и решать <i>инновационные</i> задачи <i>инженерного анализа</i> , связанные с созданием материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов химической технологии
P4	Разрабатывать химико-технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование для создания материалов, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке
P5	Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> в области создания <i>новых</i> материалов, современных химических технологий, нанотехнологий
P6	Внедрять, <i>эксплуатировать</i> современные высокотехнологичные линии автоматизированного производства, обеспечивать их <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды
<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Использовать <i>глубокие знания</i> по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности
P8	<i>Активно</i> владеть <i>иностранном языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве <i>члена и руководителя группы</i> , состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность <i>следовать корпоративной культуре</i> организации
P10	Демонстрировать <i>глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов</i> инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах <i>устойчивого развития</i>
P11	<i>Самостоятельно</i> учиться и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа природных ресурсов
 Направление подготовки Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Казьмина О.В.
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

**ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
2ДМ71	Шарипову Зиннуру

Тема работы:

Синтез диэтиленгликольтерефталата	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№3659/С от 13.05.2019 №10041 от 25.12.2017

Срок сдачи студентом выполненной работы:	06.06.2019
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объект исследования – дигликолевый эфир терефталевой кислоты, полученный методом каталитического гликолиза полиэтилентерефталата.</p>
---	--

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<p>Литературный обзор; Объекты и методы исследования; Результаты и их обсуждение; Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение; Социальная ответственность; Заключение.</p>
--	--

<p>Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<p>Презентация</p>
--	--------------------

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>к.т.н., доцент ОСГН Креницына З.В.</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>ассистент ООД Немцова О.А.</p>
<p>Раздел на английском языке</p>	<p>старший преподаватель ОИЯ Якименко Е.В.</p>

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

На русском: Введение, Литературный обзор, Объекты и методы исследования

На английском: Introduction, Literary Review, Objects and Methods of Research

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

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
<p>доцент ИШХБТ</p>	<p>Новиков В.Т.</p>	<p>к.х.н</p>		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
<p>2ДМ71</p>	<p>Шарипов Зиннур</p>		

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

Студенту:

Группа	ФИО
2ДМ71	Шарипову Зиннуру

Школа	Инженерная школа природных ресурсов	Отделение (НОЦ)	Отделение химической инженерии
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	18.04.01 Химическая технология

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

<i>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Себестоимость ресурсов научного исследования составила 6367 рублей. Итоговая плановая себестоимость НИ – 2212868,77рублей.</i>
<i>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Отчисления на социальные нужды 27,1% составили 84455,8рублей. Накладные расходы в 80% составили 232342,07 рублей</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	С позиции финансовой и ресурсной эффективности перспективность проекта является средняя.
<i>2. Планирование процесса управления НИИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	Составлен календарный план-график проведения НИИ; Распланирован бюджет НИ.
<i>3. Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	Сравнительная эффективность разработки составляет 1,02 и 1,15.

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Креницына Зоя Васильевна	д.т.н, доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Шарипов Зиннур		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа 2ДМ71	ФИО Шарипову Зиннуру
-----------------	-------------------------

Школа	ИШПР	Отделение школы (НОЦ)	ОХИ
Уровень образования	Магистрант	Направление/специальность	Химическая технология

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Объект исследования – дигликолевый эфир терефталевой кислоты, полученный методом каталитического гликолиза полиэтилентерефталата. Рабочая зона – научно-исследовательская лаборатория ООО «НИОСТ». Область применения – медицина, упаковочная промышленность.</p>
---	--

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; 	<ul style="list-style-type: none"> - "Трудовой кодекс Российской Федерации" от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 31.12.2014)
<p>2. Производственная безопасность</p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>1.1. Выявление вредных факторов в химической лаборатории:</p> <ul style="list-style-type: none"> - вредные вещества, производственный шум, недостаточная освещенность, микроклимат; - физико-химическая природа вредности и их связь с разрабатываемой темой; - действие вредных факторов на организм; - предлагаемые средства защиты для работы в научно-исследовательской лаборатории: средства коллективной защиты - работа под вытяжным шкафом; индивидуальные средства защиты - перчатки, халат, респиратор; <p>1.2. Выявление опасных факторов при разработке и эксплуатации научного исследования:</p> <ul style="list-style-type: none"> - термическая опасность (оборудования с повышенной температурой) СанПиН 2.1.7.2790-10; - электробезопасность (наличие химически активной и органической среды, разрушающей изоляцию и токоведущие части электрооборудования) СанПиН 2971-84;

	- пожаровзрывоопасность (оборудования, работающие под давлением) СанПиН 2.6.1.1192-03.
3. Экологическая безопасность:	<ul style="list-style-type: none"> - влияние вредных веществ, которые выделяются или используются во время эксперимента через вентиляционную систему; - химическое загрязнение водостоков в результате удаления неорганических и органических отходов в канализационную сеть; - утилизация органических и неорганических отходов; - рассмотрены решения по обеспечению экологической безопасности.
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	<ul style="list-style-type: none"> - перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения-пожар, взрыв, разрушения зданий в результате разрядов атмосферного электричества, ураган, землетрясения; - разработка действий в результате возникшей ЧС (авария в химической лаборатории) и мер по ликвидации её последствий: <ol style="list-style-type: none"> 1. Использование огнетушителя, песка, асбестового одеяла в случае пожара; 2. В случае стихийных бедствий отключение воды и электричества; 3. Организационная эвакуация работающих.

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент ООД	Немцова Ольга Александровна			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Шарипов Зиннур		

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа природных ресурсов
 Направление подготовки (специальность) 18.04.01. Химическая технология
 Уровень образования магистратура
 Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии
 Период выполнения осенний / весенний семестры 2017/2018, 2018 /2019 уч. Г

Форма представления работы:

Магистерская диссертация (бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	25.05.2019
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
<i>Декабрь 2017</i>	<i>Знакомство с научно-технической и патентной литературой по теме магистерской диссертации</i>	20
<i>Июнь 2018</i>	<i>Проведение экспериментальных исследований</i>	20
<i>Декабрь 2018</i>	<i>Проведение экспериментальных исследований, обсуждение полученных результатов</i>	30
<i>Май 2019</i>	<i>Написание литературного обзора по теме диссертации, обсуждение полученных результатов, оформление магистерской диссертации</i>	30

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ИШХБТ	Новиков В.Т.	К.Х.Н		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Казьмина О.В.	Д.Т.Н		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа состоит из 122 страниц, 22 рисунков, 33 таблиц, 89 источников, 1 приложения.

Ключевые слова: дигликолевый эфир терефталевой кислоты, полиэтилентерефталат, этиленгликоль, терефталевая кислота, гликолиз, молочная кислота, сополимеризация, катализатор, октоат олова, ацетат цинка.

Объектами исследования являются процесс каталитического гликолиза полиэтилентерефталата.

Цель работы – получение дигликолевого эфира методом каталитического гликолиза полиэтилентерефталата, для дальнейшей его сополимеризации с молочной кислотой.

В процессе исследования проводилась серия научно-исследовательских работ.

В результате исследования были проанализированы методы синтеза дигликолевого эфира терефталевой кислоты, сополимеризация дигидрокиэтилентерефталата и молочной кислоты.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: установка для процесса каталитического гликолиза состоит из лабораторного реактора, оснащенная нагревательной рубашкой, термопарой, манометром и мешалкой; установка для процесса сополимеризации дигидрокиэтилентерефталата и молочной кислоты является ротационный испаритель, оснащенный нагревательной баней и вакуумным насосом.

Область применения: дигликолевый эфир терефталевой кислоты для дальнейшей сополимеризации с другими сомономерами и в качестве добавки в процесс получения полиэтилентерефталата; сополимеры дигидрокиэтилентерефталата и молочной кислоты для изготовления медицинских изделий и упаковки.

Экономическая эффективность/значимость работы: данная работа имеет важное значение, так как дигликолевый эфир терефталевой кислоты может применяться как сомономер для получения новых перспективных сополиэфиров.

В будущем планируется: продолжение исследования процесса синтеза сополимеров дигидрокиэтилентерефталата и производных молочной кислоты (олигомеры, лактид и т.д.).

Нормативные ссылки

В настоящей работе использованы ссылки на следующие стандарты:

1. СТО ТПУ 1.5.01-2006. Работы выпускные квалификационные, проекты и работы курсовые. Структура и правила оформления. [Текст].-введ. 30.04.06.-Томск: Томский политехнический университет, 2006.- 34 с.
2. ГОСТ Р 51695-2000. Полиэтилентерефталат. Общие технические ехническиеусловия.[Текст].-введ. 01.01.02.- М.: Государственный стандарт РФ, 2008.- 10 с.
3. ГОСТ 19710-83. Этиленгликоль. Технические условия. [Текст].-введ. 13.06.84.- М.: Минхимпром, 1983.- 10 с.
4. ГОСТ 25336-82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры [Текст].-введ. 01.01.1984.- М.:Стандартинформ, 2009. – 102 с.
5. ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия (с Изменениями).-введ. 01.01.1976.- М.: Стандартинформ, 2010. – 11 с.
6. ГОСТ 9293-74. Азот газообразный и жидкий. Технические условия (с Изменениями и Поправками) [Текст].-введ. 01.01.1976.- М.: Стандартинформ, 2007. – 15 с.
8. ГОСТ 490-2006. Кислота молочная пищевая. Технические условия[Текст].-введ. 01.11.2007.- М.: Стандартинформ, 2006. – 5 с.
9. ТУ 2477-012-00209421-2003. Кислота терефталевая очищенная
10. ГОСТ 12.3.002–75. Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности [Текст].-введ. 01.07.1976.- М.: Стандартинформ, 2007. – 8 с.
11. ГОСТ 12.2.032-78. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования [Текст].-введ. 01.01.1979.- М.: Стандартинформ, 2003. – 9 с.

12. ГОСТ 12.1.002–84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни и требования к проведению контроля на рабочем месте [Текст].-введ. 01.01.1986.- М.: Стандартиформ, 2009. – 7 с.

13. ГОСТ 12.1.005–88. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны [Текст].-введ. 01.01.1989.- М.:Стандартиформ, 2008. – 49 с.

14. ГОСТ 12.1.005–88. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны [Текст]. - введ. 01.01.1989.- М.: Стандартиформ, 2008. – 49 с.

15. ГОСТ 12.0.004-90. Организация обучения безопасности труда [Текст]. - введ. 01.07.1991.- М.: Стандартиформ, 2010. – 16 с.

16. ГОСТ Р 22.0.01-94. Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Основные положения [Текст]. - введ. 01.01.1995.- М.: Издательство стандартов, 1994. – 17 с.

Сокращения

ПЭТФ – полиэтилентерефталат

ЭГ – этиленгликоль

ДЭГ – диэтиленгликоль

ТФК – терефталевая кислота

ДГЭТ –дигликолевый эфир терефталевой кислоты, дигликольэтилентерефталат

МК – молочная кислота

ОМК – олигомеры молочной кислоты

ЯМР – ядерный магнитный резонанс

ПМР – протонный магнитный резонанс

ГХ – газовая хроматография

Оглавление

Технико-экономическое обоснование	19
1 Литературный обзор	22
1.1 Краткие сведения о полимерах	22
1.2 Дигликолевый эфир терефталевой кислоты.....	24
1.2.1 Методы получения ДГЭТ.....	24
1.2.1.1 Этерификация.....	25
1.2.1.2 Гликолиз полиэтилентерефталата	26
1.2.1.2.1 Каталитический гликолиз	27
1.2.1.2.1.1 Соли металлов	29
1.2.1.2.1.2 Нанокатализаторы.....	30
1.2.1.2.1.3 Ионные жидкости	31
1.2.1.2.2 Гликолиз с растворителем.....	32
1.2.1.2.3 Сверхкритический гликолиз	32
1.2.1.2.4 Микроволновый гликолиз.....	33
1.2.2 Использование ДГЭТ.....	33
1.3 Сополимеры дигидроксиэтилентерефталата и молочной кислоты	34
1.4 Теоретические основы методов анализа мономеров и полимеров	39
1.4.1 Теоретические основы определения температуры плавления	39
1.4.2 Протонный магнитный резонанс (ПМР), или ЯМР ¹ Н	39
1.4.3 Газовая хроматография	41
2 Объекты и методы исследования	42
2.1 Характеристика сырья, промежуточных и конечных продуктов	42
2.2 Методики.....	45
2.2.1 Методика этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем	45
2.2.2 Методика фракционирования этерификата.....	46
2.2.3 Методика проведения гликолиза.....	46
2.2.4 Методика выделения ДГЭТ из продуктов гликолиза	47

2.2.4	Методика синтеза сополимеров этилентерефталата и молочной кислоты	47
2.3	Методы исследования структуры, свойств продуктов и полупродуктов	48
2.3.1	Измерение температуры плавления	48
2.3.2	Определение содержания побочных продуктов методом ГХ	49
2.3.3	Протонный магнитный резонанс (ПМР), или ЯМР ^1H	49
3	Обсуждение результатов	51
3.1	Этерификация терефталевой кислоты этиленгликолем	51
3.2	Гликолиз полиэтилентерефталата	53
3.3	Синтез сополимеров дигидроксиэтилентерефталата и молочной кислоты	59
	Выводы	60
4	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	61
4.1	Предпроектный анализ	61
4.1.1	Потенциальные потребители результатов исследования	61
4.1.2	Диаграмма Исикавы	61
4.1.3	Оценка готовности проекта к коммерциализации	62
4.1.4	Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования	63
4.2	Инициация проекта	64
4.2.1	Цели и результаты проекта	64
4.2.2	Организационная структура проекта	65
4.2.3	Ограничения и допущения проекта	65
4.3	Планирование управления научно-техническим проектом	66
4.3.1	Иерархическая структура работ проекта	66
4.3.2	Контрольные события проекта	66
4.3.3	План проекта	67
4.3.4	Бюджет научного исследования	71
4.3.4.1	Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов)	71

4.3.4.2	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	71
4.3.4.3	Основная заработная плата	72
4.3.4.4	Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала.....	74
4.3.4.5	Отчисления на социальные нужды	75
4.3.4.6	Накладные расходы	75
4.3.5	Организационная структура проекта	76
4.3.6	Матрица ответственности	76
4.3.7	План управления коммуникациями проекта.....	77
4.3.8	Реестр рисков проекта	78
4.3.9	План управления контрактами и поставками	78
4.4	Оценка сравнительной эффективности исследования	79
5	Социальная ответственность	82
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	83
5.2	Производственная безопасность.....	84
5.2.1	Анализ вредных факторов производственной среды.....	84
5.2.1.1	Вредные вещества	84
5.2.1.2	Повышенный уровень шума	85
5.2.1.3	Недостаточная освещенность рабочих мест	86
5.2.1.4	Микроклимат рабочих помещений	87
5.2.2	Анализ опасных факторов производственной среды.....	88
5.2.2.1	Термические опасности	88
5.2.2.2	Электробезопасность	88
5.2.2.3	Пожарная безопасность.....	89
5.3	Экологическая безопасность.....	90
5.4	Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	91
	Список публикаций.....	93
	Список используемой литературы	94
	Приложение А	103

Введение

Индустрия переработки вторичного ПЭТФ возникла в результате негативного воздействия этого полимера на окружающую среду, направленного на улучшение управления отходами, т.к. изделия из ПЭТФ имеют низкую скорость естественного разложения [1]. ПЭТФ является не биоразлагаемым пластиком в нормальных условиях, так как не существует известного организма, который мог бы потреблять его относительно большие молекулы.

Процессы рециклинга – лучший способ экономичного сокращения отходов ПЭТ [2]. Существуют два основных процесса переработки использованного ПЭТФ. Эти процессы – физико-химической и механической переработки.

Механическая переработка ПЭТФ обычно состоит из удаления загрязнений путем сортировки, промывки и сушки. Затем его измельчают и добавляют в процесс переработки товарного полиэтилентерефталата, для производства волокон, пленок и упаковок.

Химическая переработка использованного ПЭТФ достигается путем полной деполимеризации в мономеры, эфиры или частичной деполимеризации в олигомеры[3]:

1. Гидролиз. Используется с целью получения терефталевой кислоты.
2. Метанолиз. Используется с целью получения диметилтерефталата.
3. Гликолиз. Используется с целью получения дигликолевого эфира терефталевой кислоты, его димера и олигомеров полиэтилентерефталата. Преимуществом данного процесса является получение ДГЭТ, как сомономера для новых перспективных сополиэфиров.

Основным недостатком химической переработки ПЭТФ относительно механической переработки является его более высокая стоимость.

Поскольку при потреблении ПЭТФ образуется большое количество отходов, не разлагаемых в окружающей среде при нормальных условиях, предложены альтернативный способ: получение сополимеров ПЭТФ и

алифатических эфиров, способных к гидролизу (молочная кислота, гликолевая кислота, янтарная кислота и т.д.) для получения пленок и использование в медицинских изделиях.

Актуальность данной работы состоит в разработке родственных сополиэфиров ПЭТФ способных к разложению в окружающей среде.

Целью данной работы является получение дигликолевого эфира терефталевой кислоты методом этерификации и каталитического гликолиза ПЭТФ для дальнейшей его сополимеризации с молочной кислотой.

Данная работа проводилась в ООО «НИОСТ», корпоративном научном центре СИБУРа по химическим технологиям в рамках обучения по программе целевой магистратуры СИБУРа.

Решались следующие задачи:

- Изучение закономерностей каталитического гликолиза;
- Исследование основных закономерностей прямой этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем;
- Исследование основных закономерностей синтеза сополимеров этилентерефталата и молочной кислоты;

Практическая значимость работы заключается в том, что получив дигликолевый эфир терефталевой кислоты, возможно его дальнейшая сополимеризация с другими бифункциональными соединениями для получения новых сополиэфиров или получения ПЭТФ.

Технико-экономическое обоснование

Сегодня полиэтилентерефталат (ПЭТФ) стал одним из наиболее широко используемых, универсальных и проверенных пластиковых материалов в мире. ПЭТФ обеспечивает более половины мирового спроса на синтетические волокна и бутылки.

Мировая мощность производства ПЭТФ на 2017 году составила 30,3 млн. тонн. В мировом производстве доминирует Китай, на долю которого приходилось 30,8% общего производства ПЭТФ. На азиатский регион, за исключением Китая, приходится 21% доли производства.

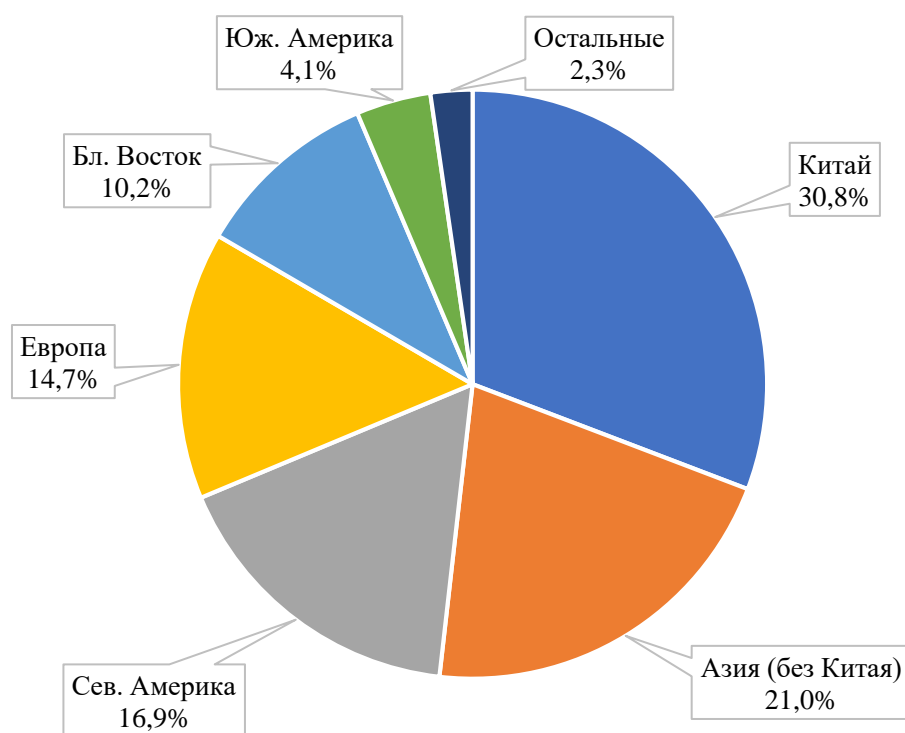


Рисунок 1 – Мировое производство ПЭТФ [4]

Североамериканский регион имел долю 16,9% с ведущей страной-производителем США. Новый завод по производству ПЭТФ от MG Chemical из Корпус-Кристи, штат Техас, США, имеет мировые масштабы с производственной мощностью 1,1 миллиона тонн в год.

На долю Европейского региона пришлось 14,7% от общего объема производства ПЭТФ, за которым следуют Ближний Восток (10,2%), Южная Америка (4,1%) и Африка (2,3%).

В производстве ПЭТФ доминируют немногие компании. Indorama Ventures является крупнейшим производителем полимера ПЭТФ в мире с установленной производственной мощностью 4,2 млн. тонн в 2017 году. Другими ведущими компаниями являются M&G Chemical с установленной мощностью 2,7 млн. тонн, Zhejiang Yisheng Petrochemical Co. (2,5 млн. тонн), Sang Fang Xiang (2,1 млн тонн) и DAK America (1,8 млн тонн).

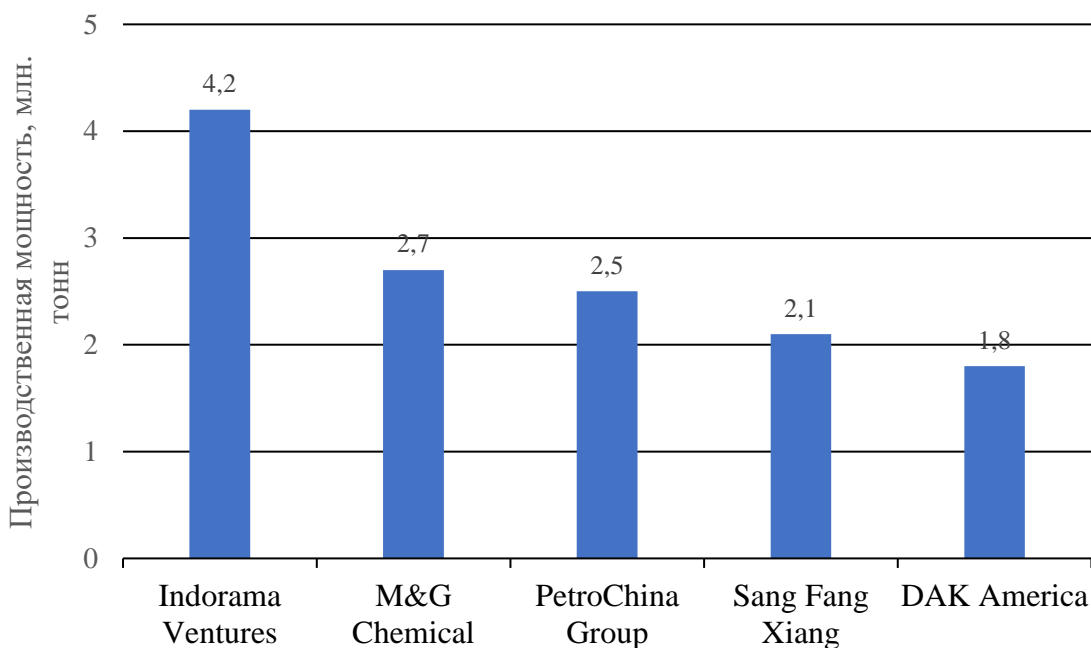


Рисунок 2 – Производственные мощности крупнейших компаний мира [4]

Большая часть мирового производства полиэтилентерефталата приходится на синтетические волокна (до 60%), а на производство бутылок приходится около 30% мирового спроса.

На 2017 год производство ПЭТФ в России составило около 600 тыс. тонн.

В России основную долю произведенного ПЭТФ (более 90%) используют как упаковку (производство тары для воды, напитков и пива). Производство пленок и волокон не велико, это объясняется неразвитостью потребляющих отраслей и отсутствием сырьевой базы [5].

Производителями в России являются «Полиэф», «Алко-Нафта», "Сенеж" и "Сибур-ПЭТФ".

В связи с большим объема производства ПЭТФ образуется и большой объем отходов.

На 2017 год объем образования пластиковых отходов в мире превышает 300 млн тонн в год. Из них на отходы ПЭТФ-упаковки приходится около 11% [6]. Это проблема не прошла стороной и Россию.

Переработке подвергается по разным оценкам от 14 до 25% пластиковых отходов. В наибольших объемах собираются и перерабатываются отходы ПЭТФ-упаковки, где доля рециклинга превышает 50%.

Россия пока критично отстает от развитых стран по уровню выборки и вторичной переработки пластиковых отходов: уровень сбора самого распространенного источника полимерного вторсырья – ПЭТФ-бутылок – пока находятся на уровне 20%.

Емкость российского рынка вторичного ПЭТФ (рПЭТ) составила в 2017 году 151 тыс. тонн [7].

Вторичный ПЭТФ не является по своим качествам идентичным первичному. Он обладает меньшей плотностью, худшими термо- и морозостойкостью, менее устойчив к растяжению и изгибу. Поэтому упаковочные решения, использующие в качестве сырья 100%-ый вторичный ПЭТФ являются скорее исключением из правила. С присутствием вторичного материала связано, например, снижение вязкости расплава, что осложняет процесс производства и негативно отражается на качестве конечного продукта.

1 Литературный обзор

1.1 Краткие сведения о полимерах

Полимеры еще использовались с доисторических времен. Полимеры в природе встречаются во всех живых системах, и такие материалы из них, как дерево, бумага, кожа, натуральные волокна нашли широкое применение. Хотя природные полимеры сохраняют свою важность, сегодня в основном используются синтетические материалы. Первые искусственные полимеры, образованные путем химической модификации природных материалов, были произведены во второй половине XIX века. Полностью синтетические полимеры были разработаны в двадцатом веке, в основном в период с 1930 по 1970-е года, вызванный расширением химической промышленности. Эти полимеры в современном обществе получили название пластики. Исходное сырье для процессов полимеризации является нефтехимическим, и экологические проблемы привели к более поздним разработкам полимеров из возобновляемых ресурсов.

Молекула полимера является большой и, как правило, состоит из химической структурной единицы, которая ковалентно связана с ее идентичными соседями и, таким образом, повторяется по всей длине молекулы. Химическая структурная единица известна как элементарное звено, и оно определяет конкретный рассматриваемый полимер. Элементарное звено обычно состоит из небольших молекул, называемых мономерами. Мономеры должны иметь определенное количество функциональных групп или кратность связи, чтобы получить полимер. Те полимеры, которые имеют одинаковые повторяющиеся звенья вдоль молекулы, известны как гомополимеры, и они являются наиболее распространенными полимерами. Сополимеры, то есть те, которые имеют два или более различных повторяющихся звена, важны в некоторых технических областях.

Идея повторяющихся звеньев, связанных вместе для образования полимера, привела к концепции цепной молекулы, которая была очень полезна

при моделировании физико-механических свойств. То, как отдельные полимерные молекулы движутся под действием тепловой или механической энергии, и как группы молекул взаимодействуют и запутываются, может объяснить различные свойства полимера. Большие молекулы ведут себя иначе, чем маленькие молекулы. Получение каждой отдельной молекулы полимера включает в себя несколько тысяч последовательных химических реакций. Поскольку это большое значение, точное число, достигнутое для отдельных цепей, может быть различным, давая молекулы полимера разных размеров. Число повторяющихся звеньев вдоль молекулы известно, как степень полимеризации D . Произведение степени полимеризации и относительной молярной массы повторяющегося звена определяет относительную молекулярную массу молекулы полимера. Следовательно, важно знать среднюю относительную молекулярную массу и молекулярно-массовое распределение полимера.

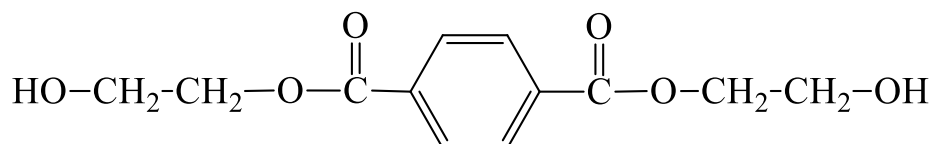
Полимеры обладают широким спектром физико-механических свойств, которые подходят для большого числа технических применений. Химическая структура, средняя относительная молекулярная масса, молекулярно-массовое распределение, конформация цепи, морфология, добавки и усиливающие наполнители и добавки обеспечивают целую гамму элементов управления для определения индивидуальных свойств полимера.

Технология производства и переработки полимеров является развитой, и относительно легко изготовить сложные формы из большинства полимеров экономически эффективным способом. Поскольку большинство полимеров представляют собой материалы с низкой плотностью, они обладают особыми преимуществами перед металлами [8].

1.2 Дигликолевый эфир терефталевой кислоты

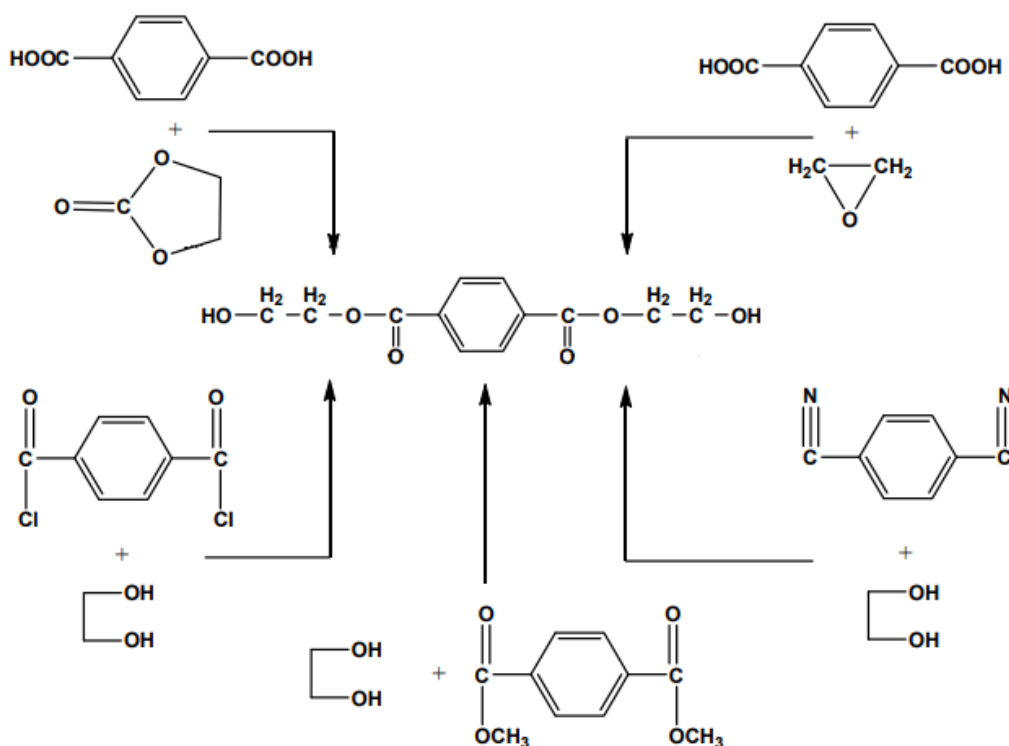
1.2.1 Методы получения ДГЭТ

Дигликолевый эфир терефталевой кислоты представляет собой органическое соединения, относится к классу сложных эфиров дикарбоновых кислот и многоатомных спиртов.



Существует различные способы его получения:

1. Реакцией этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем. Также для получения сложного полиэфира могут быть использованы диметилтерефталат, этиленгликоль, динитрил терефталевой кислоты и этиленгликоль, терефталевая кислота и этиленоксид, дихлорангидрид терефталевой кислоты и этиленгликоль, а также терефталевая кислота и карбонат этиленгликоля:



2. Применение в процессе этерификации специальных добавок – ингибиторов. Данный процесс мало изучен, поэтому его применение будет затруднителен без дополнительных исследований.

3.Гликолиз полиэтилентерефталата в этиленгликоле. Данный процесс глубоко изучен и прост в своем применении.

1.2.1.1 Этерификация

Этерификация является первым этапом синтеза ПЭТФ. В качестве равновесной реакции этерификация всегда сопровождается обратной реакцией, являющейся гидролизом. Одновременно с процессом этерификации протекает дальнейшая олигомеризация, где образуются олигомеры полиэтилентерефталата, и поэтому необходимо учитывать сложную реакцию схему с параллельными и последовательными равновесными реакциями.

Для этерификации используют в производстве в основном терефталевую кислоту и этиленгликоль, а также и их производные. Например, диметилтерефталат и этиленгликоль, что также реализовано в производстве.

Этерификация ТФК с ЭГ представляет собой реакцию между двумя бифункциональными молекулами, которая приводит к ряду реакций, происходящих одновременно [9]. Термодинамические данные, а также зависимость констант равновесия от температуры указывают на то, что реакция этерификации является умеренно эндотермической. Поэтому необходимо вести процесс при температурах выше 250 °С [10]. Также для смещения реакции в сторону продуктов необходимо постоянное выделение из зоны реакции побочных продуктов

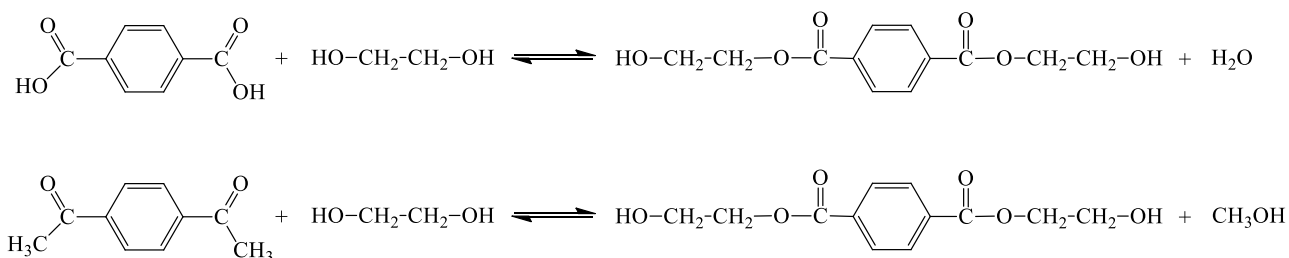


Рисунок 3–Реакции получения ДГЭТ

Реакции этерификации катализируются кислотой [9,10], и общий порядок реакций 3 (2 по кислоте и 1 по спирту) является общепринятым [11]. Таким образом, кислота ведет себя как реагент и как катализатор.

Использование металлических катализаторов при этерификации было обобщено в этой статье [11]. Тетрабутоксититан является очень эффективным катализатором, а ацетат цинка или триоксид сурьмы - нет. Однако это увеличивает лишь содержание олигомеров в этерификате.

1.2.1.2 Гликолиз полиэтилентерефталата

Как показано на рис. 4, гликолиз проводят с использованием этиленгликоля для получения бис(2-гидроксиэтил)терефталата (ДГЭТ) и других продуктов гликолиза полиэтилентерефталата ПЭТФ, которые можно использовать для производства ненасыщенных смол, пенополиуретанов, сополиэфиров, акриловых покрытий и гидрофобных красителей. Диэтиленгликоль [12], триэтиленгликоль [13], пропиленгликоль [14] или дипропиленгликоль [15] также может быть использован в качестве растворителя при гликолизе ПЭТ.

Помимо своей гибкости, гликолиз является самым простым и наименее капиталоемким процессом. По этим причинам большое внимание было уделено гликолизу ПЭТФ. Было опубликовано множество работ о гликолизе ПЭТФ, в которых реакция проводилась в широком диапазоне температур и времени.

Исследования кинетики гликолиза ПЭТФ [16,21] показали, что гликолиз без катализатора очень медленный, и полная деполимеризация ПЭТФ в ДГЭТ не может быть достигнута. Процесс также дает конечный продукт, который содержит значительное количество других олигомеров в дополнение к мономеру ДГЭТ. Это приводит к затруднениям при извлечении мономера ДГЭТ, когда он является желаемым продуктом. Таким образом, исследовательские усилия были направлены на повышение скорости и выхода мономера ДГЭТ путем разработки высокоэффективных катализаторов, других технологий и оптимизации условий реакции (температуры, времени,

отношения ПЭТФ/ЭГ, отношения ПЭТФ/ катализатор). Спустя несколько десятилетий после начала исследования гликолиза ПЭТФ привели к значительному увеличению выхода мономера ДГЭТ с всего лишь 65 % при времени реакции 8 часов до, по меньшей мере, 90 % при значительном сокращении времени реакции до 30 минут.

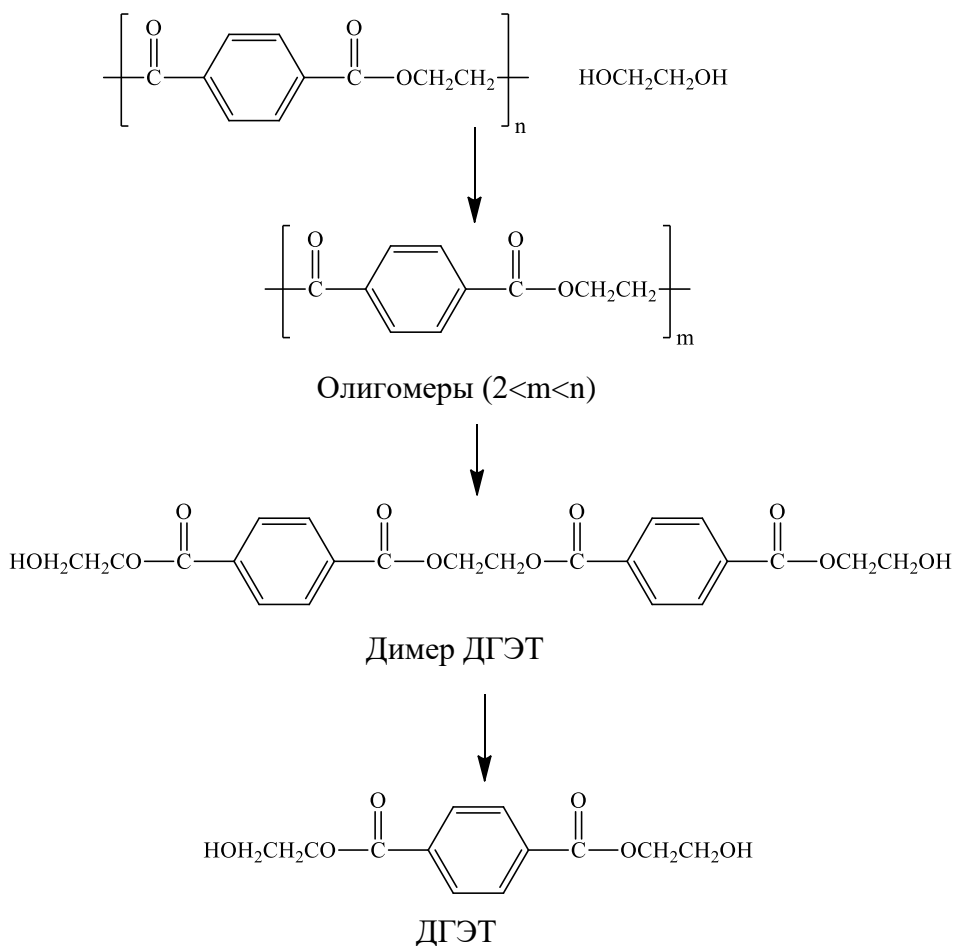


Рисунок 4 – схема реакций гликолиза ПЭТФ

1.2.1.2.1 Каталитический гликолиз

Наиболее изученным методом повышения скорости гликолиза является катализ. Гликолиз ПЭТФ считается реакцией переэтерификации. Таким образом, катализаторы переэтерификации были применены для увеличения скорости реакции, при этом катализаторы на основе металлов являются наиболее популярными. Авторы [17] перечислили все катализаторы, которые использовались ранее в других реакциях переэтерификации.

На рис. 5 показаны механизмы реакции гликолиза без катализатора и с катализатором на основе металла [18,26]. Свободная электронная пара на кислороде ЭГ инициирует реакцию, воздействуя на карбонильный углерод сложноэфирной группы полиэфира. Затем гидроксиэтильная группа этиленгликоля образует связь с карбонильным углеродом сложного полиэфира, расщепляя длинную цепь на олигомеры с короткой цепью и, наконец, на ДГЭТ.

Скорость реакции гликолиза зависит от ряда параметров, включая температуру, давление, отношение ПЭТФ/ЭГ, а также тип и количество катализатора. Кроме того, превращение димера в мономер ДГЭТ является обратимым процессом. Продление реакции после достижения равновесия двух приведет к смещению реакции назад, увеличивая количество димера за счет мономера ДГЭТ. Таким образом, важно знать оптимальные условия реакции гликолиза. В случае катализаторов на основе металлов (рис. 5б), металл образует комплекс с карбонильной группой, облегчая атаку ЭГ на ПЭТФ, что приводит к образованию ДГЭТ.

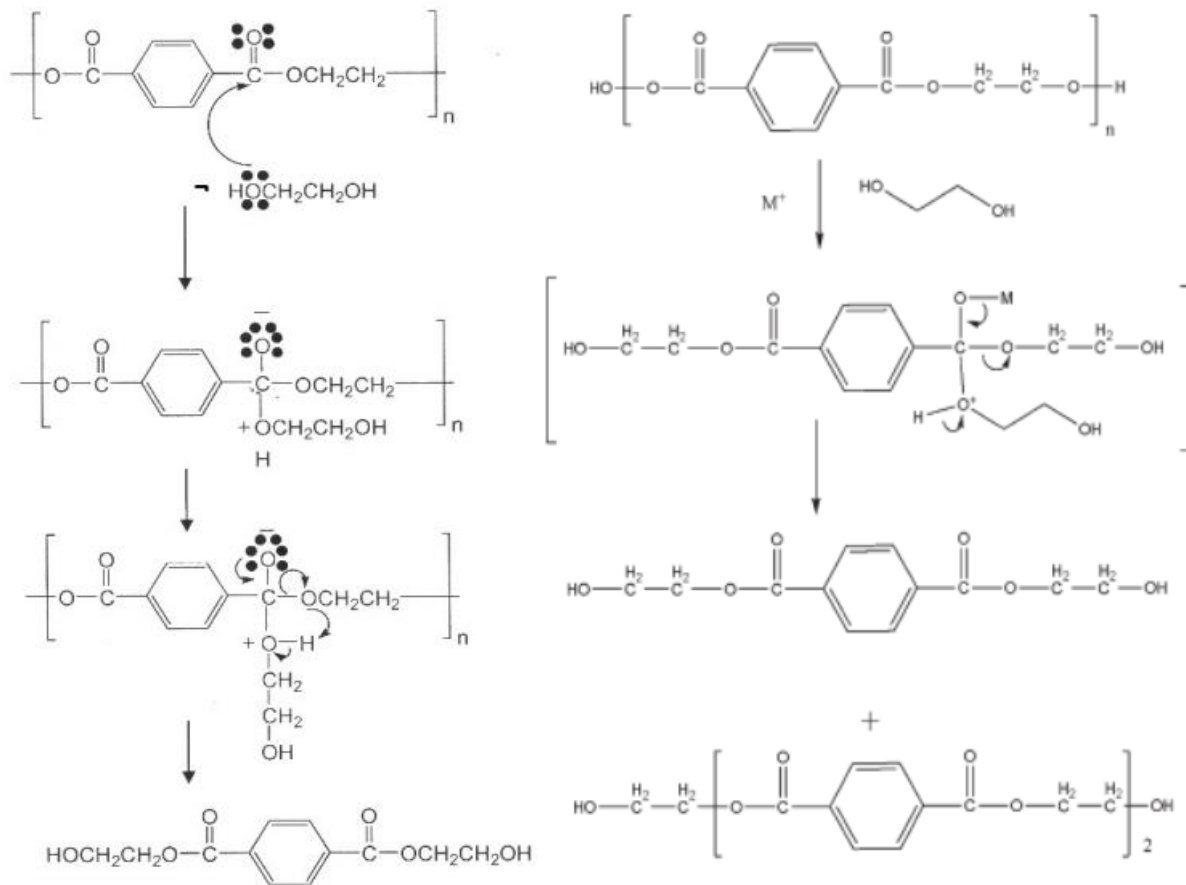


Рисунок 5 – Механизм реакции гликолиза ПЭТФ без катализатора (а) и с катализатором (б)

1.2.1.2.1.1 Соли металлов

Самыми первыми известными катализаторами гликолиза ПЭТФ являются ацетаты металлов. В 1989 году авторы [19] исследовали использование ацетатов металлов (цинка, марганца, кобальта и свинца) в качестве катализаторов. Они сообщили, что ацетат цинка показал лучшие результаты в отношении степени реакций деполимеризации ПЭТФ. Они также отметили, что равновесие между мономером ДГЭТ и димером было достигнуто после 8 часов реакции при температуре 190 °С. Это можно рассматривать как начало исследований катализаторов гликолиза ПЭТФ, поскольку несколько исследований последовали позже.

В статье [20] авторы подтвердили результаты, полученные в статье [19], и определили порядок активности катализаторов ($Zn^{+2} > Mn^{+2} > Co^{+2} > Pb^{+2}$). Эти авторы [21] изучили кинетику гликолиза ПЭТФ с катализатором на основе ацетата цинка при той же температуре и обнаружили, что равновесие между мономером ДГЭТ и его димером было достигнуто через два часа, в отличие от авторов [19]. Тем временем были изучены те же свойства ацетата марганца и обнаружено, что наилучшим условием гликолиза при температуре 190 °С было время реакции 1,5 ч с 0,025 моль катализатора / кг ПЭТФ [22]. Также были исследованы условия реакции при 196 °С. Оказалось, что 3-часовая реакция с массовым соотношением ЭГ/ПЭТФ, равным 5, и массовым отношением катализатор/ПЭТФ, равным 0,01, может обеспечить выход ДГЭТ до 85,6 % [23].

Хотя соли металлов эффективны в увеличении скорости гликолиза ПЭТФ, следует отметить, что соли цинка и, по-видимому, соли других металлов, оказывают каталитическое влияние на гликолиз ПЭТФ только при температуре ниже 245 °С и, по-видимому, не способствуют дальнейшему увеличению скорости реакции выше этой температуры из-за ограничений массопереноса [16].

В 2003 году эти авторы [24] использовали фосфат титана (IV) в качестве нового катализатора. Они сообщили, что гликолиз в присутствии нового катализатора был быстрее по сравнению с ацетатом цинка. Их данные показали, что при 200 °С, времени реакции 150 минут и весовом соотношении катализатора/ПЭТФ, равным 0,003, гликолизированные продукты реакции состоят из 97,5 % (по массе) ДГЭТ.

Поскольку свинец и цинк являются тяжелыми металлами, которые, как известно, оказывают негативное воздействие на окружающую среду, группа авторов [24] начала разрабатывать более мягкие катализаторы, которые сравнительно менее вредны для окружающей среды. Они начали с мягких щелочей, карбоната натрия и бикарбоната натрия, и сообщили, что выходы мономеров были сопоставимы с выходами обычных катализаторов на основе цинка и ацетата свинца. Они также сообщили, что сульфат калия, сульфат натрия, гидроксид лития и уксусная кислота имеют сопоставимые выходы с выходами катализаторов на основе тяжелых металлов [18]. Последние катализаторы, разработанные группой авторов [26], представляют собой недорогие и легкодоступные хлориды металлов, в которых, как сообщается, хлорид цинка дает самый высокий выход ДГЭТ, равный 73,24 %.

1.2.1.2.1.2 Нанокатализаторы

В 2008 году в статье [27] сообщили о новых нанокатализаторах, полученных из цеолитов. Их каталитическая активность обуславливалась их большой площадью поверхности в мезопорах и микропорах, которые образуют многочисленные активные центры. Результат, однако, показал, что не дает какого-либо значительного улучшения по сравнению с другими катализаторами, ранее используемые.

С целью увеличения выхода мономера ДГЭТ при уменьшенном времени реакции группа авторов [17] разработала катализаторы, которые являются высокоселективными и могут работать при повышенных температурах – металлооксидные катализаторы. Оксиды металлов в качестве катализаторов

гликолиза могут обеспечить лучшую альтернативу обычным катализаторам в том, что они обладают высокой механической прочностью, термически стабильны и экономически эффективны. Чтобы повысить эффективность металлооксидных катализаторов, увеличили площадь поверхности активных центров, уменьшив их до наноразмеров. Помимо увеличения площади поверхности активных центров, известно, что в наномасштабе внутренние свойства катализаторов могут изменяться, что приводит к повышению эффективности.

Оксиды цинка, марганца и церия, нанесенные на подложку из наночастиц кремнезема, использовались в качестве катализаторов в реакции, проводимой при 300 °С и 1,1 МПа с молярным отношением ЭГ/ПЭТФ, равным 11, и массовым отношением ПЭТФ/катализатор, равным 0,01. Реакция достигла равновесия через 80 минут, и самый высокий выход ДГЭТ достиг более 90 %. Кроме того, было обнаружено, что чем меньше размер носителя, тем лучше распределение катализаторов на носителе. Лучшее распределение катализаторов привело к более высокой каталитической активности.

1.2.1.2.1.3 Ионные жидкости

Основное преимущество ионных жидкостей по сравнению с обычными катализаторами, такими как ацетаты металлов, заключается в том, что проще очистка продуктов гликолиза.

Например, в статье [28] авторы готовили разные ионные жидкости и проводили реакции гликолиза в присутствии этих ионных жидкостей при атмосферном давлении с различной температурой и временем. 100%-ная конверсия ПЭТФ была достигнута через 8 часов при температуре 180 °С, причем 1-бутил-3-метилимидазолийбромид является лучшим катализатором с точки зрения конверсии ПЭТФ, а также простоты и стоимости приготовления. Они пришли к выводу, что чистота ДГЭТ в их методе была высокой. Однако они количественно не измерили выход ДГЭТ. Они пришли к выводу, что катализаторы можно использовать многократно, и что реакция разложения

имеет первый порядок с энергией активации, равной 232,79 кДж/моль. Затем в статье [29] они успешно применили железосодержащую магнитную ионную жидкость в качестве катализатора для гликолиза ПЭТФ. Они сообщили, что этот катализатор обладает лучшей каталитической активностью, чем обычные соли металлов или чистая ионная жидкость, при этом количество катализатора влияет на конверсию ПЭТФ и селективность ДГЭТ [29].

В статье [30], при использовании в качестве катализатора основной ионной жидкости, достигли 100 % конверсии ПЭТФ с 71,2 % выходом ДГЭТ, проведя гликолиз при 190 °С в течение 2 часов с молярным соотношением ЭГ/ПЭТФ, равным 10, и массовым соотношением катализатор/ПЭТФ, равным 0,05.

1.2.1.2.2 Гликолиз с растворителем

В работе [14] ксилол был добавлен в катализируемую ацетатом цинка реакцию гликолиза ПЭТФ и получили 80 % выход ДГЭТ, который был выше, чем выход без ксилола. Первоначально основной целью применения ксилола было обеспечение смешиваемости смеси ПЭТФ в ЭГ. При температурах от 170 до 225 °С ЭГ растворяется в ксилоле частично, а ПЭТФ растворяется легко. Между тем, продукты гликолиза растворимы в ксилоле. Следовательно, по мере развития реакции продукты гликолиза перемещались из фазы ПЭТФ-ЭГ в фазу ксилола, сдвигая реакцию в направлении деполимеризации. Большим недостатком данного метода является то, что органические растворители вредны для окружающей среды.

1.2.1.2.3 Сверхкритический гликолиз

Основным преимуществом использования сверхкритических жидкостей в реакции является устранение необходимости в катализаторах, которые трудно отделить от продуктов реакции. В этой статье [31] авторы исследовали влияние ЭГ в сверхкритическом состоянии ($T_{\text{крит}} = 446,70 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $p_{\text{крит}} = 7,7 \text{ МПа}$) на гликолиз ПЭТФ. Сверхкритический процесс проводился при 450 °С и 15,3 МПа, и результаты сравнивались с результатами докритических процессов,

проведенных при 350 °С и 2,49 МПа, а также при 300 °С и 1,1 МПа. По сравнению с докритическим процессом, равновесие ДГЭТ-димер было достигнуто намного раньше для сверхкритического процесса: максимальный выход ДГЭТ в 93,5 % был достигнут всего за 30 минут. Вследствие высокой температуры и давления сверхкритический гликолиз обеспечил очень высокий выход ДГЭТ при одновременном подавлении выхода побочных продуктов (выход ДЭГ – 0,69 %, и почти незначительное образование олигомеров, димера ДГЭТ и ТЭГ). Если это экономически целесообразно, сверхкритический гликолиз может заменить каталитический гликолиз.

1.2.1.2.4 Микроволновый гликолиз

Помимо экологически чистых катализаторов, авторы этой статьи [32] проводили исследование с использованием нетрадиционного источника нагрева – микроволнового излучения. Использование микроволнового излучения в качестве источника тепла резко сократило время завершения реакции с 8 часов до 35 минут. Однако это не увеличило выход мономера ДГЭТ.

1.2.2 Использование ДГЭТ

Когда ПЭТФдеполимеризуется с помощью ЭГ, полученный гликолизированный продукт как таковой используется для получения ненасыщенныхсополиэфиров, в частности используется как добавка в процесс поликонденсации полиэтилентерефталата, с целью повышения экономической эффективности[33].

Для получения сополиэфиров необходимо использование сомономеров. Здесь стоит подчеркнуть использование нескольких важных алифатических мономеров, полученных из углеводной платформы, в том числе двухосновных кислот [34,35], адипиновой [36], себациновой [37] и малеиновой [38] кислоты и хорошо известную молочную кислоту [39], используемую для получения поли(молочной кислоты) и гликолевой кислоты [40], используемой в синтезе поли(гликолевой кислоты). Кроме того, было использовано несколько ароматических соединений, в основном полученных из лигнина, а именно 4-

гидроксibenзойная кислота [41], ваниловая кислота [42] и гидрохинон [43]. Важно отметить, что эти подходы были направлены на придание ПЭТФу других свойств, таких как, например, превращение ПЭТФ в биоразлагаемый материал при сохранении высокоэффективных свойств. Эти подходы также направлены на улучшение оптических свойств или улучшение физико-механических свойств ПЭТФ.

1.3 Сополимеры дигидроксиэтилентеревалата и молочной кислоты

Синтетические полимеры стали незаменимыми для жизни людей благодаря широкому спектру применений в различных областях, таких как упаковка, сельское хозяйство, продукты питания, потребительские товары, медицина и хирургия, строительные материалы, промышленность, аэрокосмические материалы и т.д. Однако они устойчивы к деградации, и, следовательно, их удаление из организма стало серьезной проблемой при использовании, в частности, в таких областях, как хирургия, фармакология, сельское хозяйство, окружающая среда и т.д. Как сообщается, спрос на биоразлагаемые пластмассы растет на 30% каждый год [44] и производство полимеров в настоящее время превышает 260 миллионов тонн [45], исследователи тратят время в модификацию синтетических полимеров и традиционных материалов, чтобы сделать их более удобными для пользователя, а также для разработки новых полимерных материалов из естественных полимеров [46,47]. В случае медицинских и смежных применений наблюдается определенный сдвиг парадигмы от биостабильных полимеров до биodeградируемых (гидролитически и ферментативно разлагающихся) материалов [48].

Очевидно, что полимерные материалы, удовлетворяющие условиям биоразлагаемости, биосовместимости и высвобождения продуктов деградации с низкой токсичностью, считаются, по существу, необходимыми в качестве альтернатив существующим полимерам [48-50]. Однако у них есть свои

неотъемлемые проблемы, которые необходимо обсудить, и привести к научно-техническим решениям [49]. Появление новых биомедицинских технологий, включая тканевую инженерию, регенеративную медицину, генную терапию, контролируемую доставку лекарств и бионанотехнологию, все из которых требуют биodeградируемых основ для их создания, вынуждено предъявлять определенные требования к биоразлагаемым полимерам [46].

ПЭТФ представляет собой полукристаллический, термопластичный полиэфир с высокой прочностью, прозрачностью и безопасностью [51]. Для получения ПЭТФ в основном используют терефталевую кислоту (ТФК) и этиленгликоль (ЭГ). При их нагревании в ходе реакции переэтерификации образуются полупродукты: мономер бис (2-гидроксиэтил) терефталат (БГЭТ), смешанный с низкомолекулярными олигомерами. Смесь затем реагирует далее, отгоняется избыток этиленгликоля и образуется ПЭТФ. На этом этапе ПЭТФ представляет собой вязкую расплавленную жидкость. Затем этот расплав охлаждают водой, образуясь в стеклоподобный аморфный материал.

Некоторые ПЭТФ также производятся с использованием технологии на основе диметилтерефталата (ДМТ).

Катализаторы используются в чрезвычайно низких концентрациях для содействия реакциям и обеспечения эффективной экономики. Наиболее распространенным катализатором является триоксид сурьмы, но также используются соли титана, германия, кобальта, марганца, магния и цинка, а небольшие количества остаются инкапсулированными в полимерную матрицу или в самой полимерной цепи. Однако в лаборатории ПЭТФ можно получить другими реакциями, такими как реакция терефталойлхлорида с этиленгликолем. Эта реакция легче, но терефталойлхлорид дороже, чем терефталевая кислота, и это более опасно [52].

Молочная кислота является одной из наиболее подходящих оксикислот, так как получают ее из возобновляемых источников и используют в производстве одного из наиболее известных товарных пластмасс, а именно полимолочной кислоты (ПМК). Как правило, ПМК получают с высокой молекулярной массой

путем полимеризации лактидас раскрытием кольца [53]. Температура стеклования ПМК колеблется в диапазоне от 45 °С до 65 °С, тогда как температура его плавления варьируется от 150 °С до 200 °С [53] в зависимости от кристалличности и молекулярной массы.

Этот полиэфир, так и ряд сополимеров на его основе, исторически составляли основную часть опубликованного материала о биоразлагаемых полиэфирах и имеют уже долгую историю использования в качестве синтетических биоразлагаемых материалов [53]. В частности, полимолочная кислота в настоящее время является одним из самых успешных биополиэфиров, которую можно обрабатывать с помощью большого количества методов в соответствии с различными областями применения, которые охватывают от упаковки и текстиля до биомедицинских технологий [54]. Скорее всего, благодаря этим важным признакам несколько авторов исследовали использование полимолочной кислоты [55-60] в качестве алифатического аналога нескольких ПЭТФ-алифатических сополиэфиров.

Сополимер полиэтилентерефталат-со-молочная, обозначаемый далее ПЭТФ-со-ПМК, обычно получают немного отличными способами от общего способа получения сложных сополиэфиров, состоящих их ароматических и алифатических звеньев. Один из подходов заключался в прямом использовании ПМК и этиленгликолевого эфира терефталевой кислоты (дигидроксиэтилентерефталат (ДГЭТ)), или олигомерного ПЭТФ, который был получен деполимеризацией первичного ПЭТФ с помощью гликоля [57]. Кроме того, ПЭТФ-со-ПМК также обычно получали аналогичным подходом как к сополиэфирам ПЭТФ-со-пропилен сукцинат, то есть из терефталевой кислоты (или его производного диметилтерефталевой кислоты (ДМТ)), молочной кислоты и этиленгликоля, используя катализатор, основанный на титане, и высокую температуру в типичном двухшаговом подходе [56,58,59]. В другом подходе [55] непосредственно использовались ПЭТФ и олигомер молочной кислоты.

В некоторых исследованиях основное внимание уделялось влиянию дополнительного диола [56], в том числе 1,3-пропандиола (ПД) и 1,4-бутандиола (БД), на свойства последующих ПЭТФ-со-ПМК. В этой статье [56] автор описал, что при использовании БД получили сополимеры с наивысшей молекулярной массой (около 35000 для мольного соотношения МК/ДМТ/БД ~ 1/2/4) по сравнению с более короткими диолами (около 11700 для мольного соотношения МК/ДМТ/ПД ~ 1/2/4 в моль). Такое поведение связано с более высокой гибкостью цепи БД по сравнению с другими диолами, и благодаря этому имеет более высокую реакционную способность взаимодействия гидроксильных групп БД с карбоксильными группами. Кроме того, в этом исследовании [56] не малую роль играло мольное содержание ароматических и алифатического звеньев, где наилучшие результаты показали сополиэфиры с содержанием ДМТ 20-29 мол.%. Все эти сополиэфиры – полукристаллические вещества с высокими показателями T_c (26-31 °С) и $T_{пл}$ (191-210 °С), и обладают наименьшей растворимостью.

Синтез ПЭТФ-со-ПМК путем прямой переэтерификации при смешивании отходов ПЭТФ-бутылок, которые предварительно измельчили, с ПМК [56] был выполнен в попытке решить проблему биоразлагаемости бутылки безалкогольного напитка после использования. Реакцию проводили при 140°С или 170 °С в присутствии оксида дибутилолова (IV) и о-нитрофенола в качестве катализатора и растворителя, соответственно. Этот подход показал, что он является эффективной стратегией для усиления гидролитической деградации последующего сополиэфира по сравнению с ПЭТФ. Процент потери веса во время проведения опыта увеличивался с увеличением количества использованной ПМК, например, через 7 дней он увеличился с 0% в ПЭТФ до 21,7% в ПЭТФ-со-ПМК с 90% -ным массовым содержанием ПМК [55].

В том же направлении исследований авторы [57] использовали аналогичный синтетический подход, но использовали БГЭТ, полученный из использованного ПЭТФ, и олигомеры молочной кислоты (ОМК) для получения сополиэфиров ПЭТФ-со-ПМК. Эти сополиэфиры обладали аморфным

характером, когда ПЭТФ и ПМК(L) были использованы в эквимолярном количестве, что соответствовало T_c на 60 °С ниже, чем у ПЭТФ. Далее те же авторы [60] также исследовали гидролитическое разложение ПЭТФ-со-ПМК при рН 7,40 и 7,35 и температуре 45°С и 60 °С с использованием различных буферных растворов. Результаты показали, что масса ПЭТФ-со-ПМК уменьшалась почти линейно с течением времени, а также то, что сополиэфиры с эквимолярными количествами ПЭТФ / ОМК проявляли самую быструю потерю веса, уменьшаясь в весе более чем на 60% от ее начального веса после 180 дней в растворе фосфата, при 60°С. В одном из исследований, проведенном в 2010 году [50], было внесено небольшое изменение в сополиэфиры, полученные из производных ПЭТФ-со-ПМК, дополнительно с использованием диэтиленгликоля. Однако наблюдалась снижение по тепловым свойствам по сравнению с ПЭТ или даже сополиэфирами ПЭТФ-со-ПМК.

Впервые были исследованы зависимости условий реакции на молекулярную массу сополимеров или степень полимеризации [58]. В реакциях синтеза с использованием октоата олова (II) в качестве катализатора был получен низкомолекулярный сополимер, когда реакцию проводили при 180 °С. Молекулярную массу сополимеров можно повысить за счет увеличения температуры реакции и использования избыточных количеств ЭГ к ДМТ. Однако при 220 °С наблюдалось разложение. Этого можно избежать при введении трифенилфосфата (ТФФ) в качестве термостабилизатора на ранней стадии поликонденсации. Результаты влияния катализаторов на эффективность реакции показали, что среди 4 типов катализаторов, используемых в этом исследовании [58], Sb_2O_3 и октоатолова (II) потенциально подходят для этой реакции, поскольку они дают сополимеры с наивысшей молекулярной массой, Условия реакции также оказывают заметное влияние на структуру цепи и свойства сополиэфиров.

Различия в физических свойствах полученных сополиэфиров [58] обнаруживаются по результатам растворимости, T_c , $T_{пл}$, $\Delta H_{пл}$ и ТГА-термограммам. Обнаружено, что средняя длина последовательности

этилентерефталата (ЭТ) оказывает значительное влияние на $T_{пл}$ сополимеров. Также $T_{с$ сополиэфиров зависит от молекулярной массы. Различия в растворимости сополиэфиров связаны со степенью кристалличности образцов. По существу, сополимеры с высоким $\Delta H_{пл}$ вряд ли растворяются в хлороформе. Кроме того, термограммы ТГА показывают, что термическая стабильность сополимеров выше, чем у ПМК с высокой молекулярной массой, что отражает повышение этого свойства, когда ароматические компоненты включены в структуру.

1.4 Теоретические основы методов анализа мономеров и полимеров

1.4.1 Теоретические основы определения температуры плавления

Температура, при которой вещество переходит из твердого состояния в жидкое, называется температурой плавления. Это важнейшая характеристика химического вещества. Для химически чистых веществ существует строго определенная температура плавления. По разнице между температурой начала плавления и температурой конца плавления можно судить о чистоте продукта. Следовательно, при проведении технического анализа под температурой плавления подразумевают диапазон температур между началом плавления – образование первых капель жидкости в капилляре (или температура, при которой вещество начинает "спадаться" в капилляре) и концом плавления – полным переходом вещества в расплавленное состояние [61].

Для точного определения температуры плавления имеется много различных приборов, которые конструктивно отличаются друг от друга, и имеют различную степень сложности и удобства в работе, однако, принцип их действия одинаковый.

1.4.2 Протонный магнитный резонанс (ПМР), или ЯМР ^1H

Спектроскопия ядерного магнитного резонанса – вид спектроскопии, которая регистрирует переходы между магнитными энергетическими уровнями атомных ядер, вызываемые радиочастотным излучением[62]. Только ядра со

спиновым квантовым числом I, отличным от «0», могут вызывать сигнал ЯМР, или быть активными в ЯМР.

Спектроскопия ЯМР используется для регистрации сигналов данных ядер. Наибольшее распространение в исследовании органических веществ имеет спектроскопия протонного магнитного резонанса (ПМР, ЯМР ^1H) и ЯМР на ядрах изотопа ^{13}C (ЯМР ^{13}C). Для исследования с помощью ЯМР спектроскопии, как правило, вещество растворяют в подходящем растворителе (однако ЯМР-анализ можно проводить и в твердой фазе).

Выбор растворителя определяется растворимостью анализируемого вещества и наиболее полным разделением сигналов резонанса вещества и растворителя, если последний содержит ядра, по которым проводится регистрация спектра ЯМР. Для проведения анализа удобно использовать дейтерированные растворители, поскольку дейтерий не дает сигнала в спектре ПМР.

Основными характеристиками спектров ЯМР являются:

- химический сдвиг,
- мультиплетность,
- константа спин - спинового взаимодействия;
- площадь сигнала резонанса.



Рисунок 6 – Обобщенные области химических сдвигов протонов

1.4.3 Газовая хроматография

Методами газовой хроматографии можно выполнять качественное и количественно определение компонентов смесей органических и неорганических газообразных, жидких и твердых веществ, давление паров которых превышает 133 Па, перегоняющихся без разложения в области температур до 400...500 °С [62]. Основными достоинствами метода являются высокая чувствительность и разделяющая способность, скорость, точность и высокая степень автоматизации.

Различают две разновидности ГХ: газ – твердое вещество (абсорбционная) и газ – жидкость (газожидкостная). Эффективность разделения в газожидкостной хроматографии определяется процессами сорбции-десорбции газа, а степенью растворения газообразных компонентов анализируемого вещества в жидкой нелетучей пленке. В качестве жидкой фазы используют вазелиновое, силиконовое масла, эфиры фталевой кислоты; в качестве твердых носителей – вещества с развитой поверхностью, но малой пористостью, чтобы исключить абсорбцию газа (каолин, диатомиты и др.).

Современная ГХ как совокупный способ разделения и анализа представляет собой гибридный метод. В реализации аналитического процесса равноправно участвуют два важнейших независимых блока ГХ (два метода): хроматографическая колонка (метод разделения) и хроматографический детектор (метод определения). Конечный аналитический результат обуславливается характеристиками обоих методов.

2 Объекты и методы исследования

2.1 Характеристика сырья, промежуточных и конечных продуктов

Полиэтилентерефталат кристаллический

ПЭТФ обладает высокой механической прочностью и ударостойкостью, устойчивостью к истиранию и многократным деформациям при растяжении и изгибе и сохраняет свои высокие ударостойкие и прочностные характеристики в рабочем диапазоне температур от $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$. Разлагается под действием УФ-излучения[63].

ПЭТФ – хороший диэлектрик.

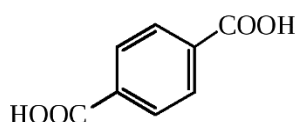
ПЭТФ обладает высокой химической стойкостью к кислотам, щелочам, солям, спиртам, парафинам, минеральным маслам, бензину, жирам, эфиру. Растворим в ацетоне, бензоле, толуоле, этилацетате, четыреххлористом углероде, хлороформе, метиленхлориде, метилэтилкетоне.

Плотность – $1,45\text{ г/см}^3$.

Температура плавления: $250\dots 265\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Температура разложения: $350\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Терефталевая кислота



Двухосновная дикарбоновая ароматическая кислота с парарасположением карбоксильных групп, является изомером фталевой и изофталевой кислот, по внешнему виду – твердые бесцветные кристаллы [64].

Молекулярная масса – $166,14\text{ г/моль}$.

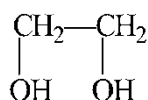
Плотность при 20°C – $1,51\text{ г/см}^3$.

Температура возгонки 300°C .

Частично растворима в диметилсилоксане.

Кислотное число мг КОН/г – 674 ± 3 .

Этиленгликоль



Двухатомный спирт, простейший представитель полиолов (многоатомных спиртов). Прозрачная, подвижная, бесцветная жидкость маслянистой консистенции [65].

Молекулярная масса - 62,07 г/моль.

Плотность при 20 °С – 1,113 г/см³.

Температура кипения 197 °С.

Хорошо растворяется в воде (гигроскопичен), спиртах, кетонах, умеренно – в бензоле, толуоле, диэтиловом эфире, четыреххлористом углероде.

Дигликолевый эфир терефталевой кислоты

Это сложный эфир этиленгликоля и терефталевой кислоты, представляющий собой белый или грязно-белый порошок. Не оказывает какого-либо негативного воздействия на человека.

Молекулярная масса – 254,24 г/моль.

Температура плавления – 106...109 °С.

Точка кипения – 317,45 °С.

Плотность – 1,2163 г/см³.

Показатель преломления – 1,4790.

Растворимость в воде – 17,61 г/л при 25°С.

Триацетат сурьмы - катализатор

Кристаллический порошок белого цвета.

Структурная формула: $\text{Sb}(\text{CH}_2\text{COO})_3$.

Молекулярная масса – 307,8 г/моль.

Плотность – 5,98 г/см³.

Точка плавления 124 °С.

Растворимость в этиленгликоле при 25 °С – 4,8 %.

Кислотное число – 530...580 мг КОН/г.

Ацетат цинка водный – катализатор

бесцветные кристаллы, растворимые в воде и многих органических растворителях[66].

Структурная формула: $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$.

Молекулярная масса – 219,5 г/моль.

Плотность – 1,735 г/см³.

Точка плавления 100 °С.

Молочная кислота

Простейшая гидроксикарбоновая кислота с формулой $CH_3CH(OH)COOH$. В твердом состоянии находится в виде порошка, который растворим в воде. В жидком состоянии – прозрачная жидкость, не имеет запаха. Молочная кислота может производиться как естественно, так и синтетически. Так как гидроксильная группа присоединена к хиральному(центральному) атому углерода, существуют два оптически активных изомера молочной кислоты: L-молочная кислота и D-молочная кислота[67].

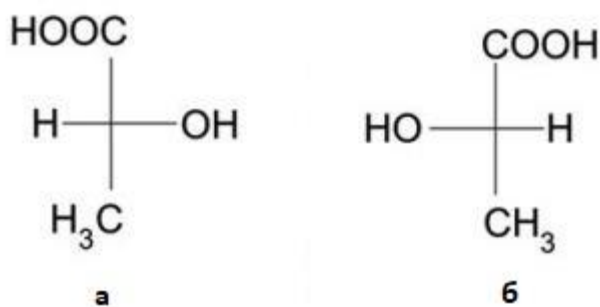


Рисунок 7 – Формула молочной кислоты:
а) D-молочная кислота; б) L-молочная кислота

Октоат олова ($Sn(Oct)_2$)

Соль двухвалентного олова этилгексановой кислоты[68]. Светло-желтая жидкость, не растворимая в воде и спирте. Растворяется в органических

растворителях. Температура плавления равна 21,6 °С, температура кипения 400 °С, молекулярная масса 405,12 г/моль, плотность 1,251 г/см³.

Октоат олова был одобрен Управлением по санитарному надзору за качеством медикаментов и пищевых продуктов, которое уделяет внимание синтезу полимера для производства биомедицинских изделий и упаковки для пищевых продуктов.

Оксид цинка (ZnO)

Представляет собой белый порошок или порошок слегка желтого оттенка[69]. Нерастворим в воде, растворим в минеральных кислотах, уксусной кислоте, растворах щелочей, аммиака и углекислого аммония, желтеет при нагревании и возгоняется при 1800 °С. Молекулярная масса 81,38 г/моль, плотность 5,7 г/см³, показатель преломления 2,015 и 2,068.

2.2 Методики

2.2.1 Методика этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем

Получение дигликолевого эфира терефталевой кислоты (ДГЭТ) проводили на лабораторной установке «Parr»(рис. 6). Готовили суспензию ТФК и ЭГ с различными мольными соотношениями. Затем приготовленные суспензию загружали в стакан реактора. Перед началом проведения процесса этерификации реактор продували азотом, затем азотную линию перекрываем, оставляя небольшое избыточное давление азот (0,3...0,5 ати) и ведем процесс, наблюдая за показаниями температуры и давления на модульном контроллере. При достижении температуры реакции 235...265 °С и увеличении давления, начинают постепенно открывать клапан и производят сброс давления до 5ати(при этом поддерживая постоянное давление реакции), затем клапан закрываем. Таким образом проводили отгон побочных продуктов реакции (вода+гликоли) в конденсатор. Стадию ведут до прекращения выделения продуктов реакции.

При завершении процесса, полученный расплав этерификата выливают на металлическую подложку. После застывания измельчают и проводят тестирование на температуру плавления и фракционный состав этерификата.



Рисунок 8 – Установка Parag 4560: 1 – стакан реактора; 2 – нагреватель/эл.рубашка; 3 – мешалка; 4 – манометр; 5 – клапан для отвода побочных продуктов (отгонов); 6 – мембранный предохранитель; 7 – линия подачи азота; 8 – разъемное кольцо; 9 – магнитный привод; 10 – модульный контроллер; 11 – штатив.

2.2.2 Методика фракционирования этерификата

Расплав продуктов этерификации смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1 к 10 соответственно. Полученную суспензию нагревают и перемешивают при 90...99 °С в течение 1 часа. После кипячения проводят фильтрацию при 75...95 °С для выделения олигомеров ПЭТФ. Полученный фильтрат охлаждают до комнатной температуры (23 °С) и выдерживают в течение 17 часов. После охлаждения суспензию фильтруют для выделения димера ДГЭТ. Полученный фильтрат охлаждают до 1...4 °С и выдерживают в течение суток. После охлаждения суспензию фильтруют для получения ДГЭТ.

2.2.3 Методика проведения гликолиза

Получение дигликолевого эфира терефталевой кислоты проводили на лабораторной установке «Vuchi». Готовили суспензию ПЭТФ в ЭГ с массовым соотношением ПЭТФ/ЭГ = 1:5 и добавляли 0,5% катализатор $ZnAc_2$ на массу

ПЭТФ. Затем приготовленную суспензию загружали в стакан реактора. Перед началом проведения процесса гликолиза реактор продували азотом, затем азотную линию перекрываем, оставляя небольшое избыточное давление азот (0,3-0,5 атм) и ведем процесс при 195 °С в течение 3...6 часов при давлении 2,5 атм.

После завершения процесса из полученного расплавапродуктов гликолиза выделяем ДГЭТ. После выделения ДГЭТ проверяем его температуру плавления.

2.2.4 Методика выделения ДГЭТ из продуктов гликолиза

Расплав продуктов гликолиза смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1 к 10 соответственно. Полученную суспензию нагревают и перемешивают при 90...99 °С в течение 1 часа. После кипячения проводят фильтрацию при 75...95 °С для выделения олигомеров ПЭТФ. Полученный фильтрат охлаждают до 30°С. После охлаждения суспензию фильтруют для выделения димера ДГЭТ. Полученный фильтрат охлаждают до 1...4 °С и выдерживают в течение суток. После охлаждения суспензию фильтруют для получения ДГЭТ.

2.2.4 Методика синтеза сополимеров этилентерефталата и молочной кислоты

Сополимеризацию проводили на роторном испарителе фирмы «BUCHİ» (рис.7). В колбу помещали дигликолевый эфир терефталевой кислоты и водный раствор молочной кислоты в мольном соотношении 1:2 соответственно. Реакционную смесь нагревали до 160 °С и при давлении в 50 мбар вели процесс концентрирования молочной кислоты в течение 1...1,5 часа. Затем добавляли катализатор в массовом соотношении 1,5 % от загрузки мономеров. Сополимеризацию проводили при постоянном перемешивании в течение 10 часов при температуре – 180...220 °С, давление – 30 мбар.

После 5 часов синтеза и при завершении процесса, отбирали пробу и проводили его очистку. После выделения высушиваем от остатков растворителей, и затем отдает на тестирование: ГПХ и ЯМР ^1H .



Рисунок9 – Установка BUCHI: 1 – испарительная колба; 2 – холодильник; 3- приемная колба; 4 – вакуумный контроллер; 5 – регулятор частоты вращения колбы с дисплеем для температуры; 6 – паропроводная трубка; 7 – нагревательная баня; 8 – вакуумный насос; 9 – автоматический лифт.

2.3 Методы исследования структуры, свойств продуктов и полупродуктов

2.3.1 Измерение температуры плавления

Для первичного определения чистоты дигликолевого эфира терефталевой кислоты применялся метод проверки температуры плавления. Температура плавления определяли на приборе от компании «BUCHI», модель «MeltingPointM-560». Для проведения анализа ДГЭТ измельчали до порошка, и полученный порошок забивали в капилляры. Затем проводилась настройка прибора, задавались параметры шага нагрева, в моем случае шаг составлял 5 градус в минуту, и температурные рамки – 80...120 °С. После разогрева камеры до 80 °С заполненный капилляр помещали в нагревательную камеру прибора, наблюдение за образцом осуществлялось через смотровое окно. Фиксировалась только температура полного расплавления.



Рисунок 10– Прибор для определения температуры плавления MeltingPoint M-560

2.3.2 Определение содержания побочных продуктов методом ГХ

Содержание воды и гликолей в побочных продуктах процессов этерификации, определяли с помощью метода газовой хроматографии (ГХ) на хроматографе Agilent 7890A с детектором по теплопроводности и полярной капиллярной колонкой DB-FFAP длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм и толщиной нанесенной фазы 0,50 мкм, по методу внутренней нормализации площади пиков.



Рисунок 11– газовый хроматограф Agilent 7890A

2.3.3 Протонный магнитный резонанс (ПМР), или ЯМР ^1H

Идентификацию кристаллов ДГЭТ выполняли с помощью метода ЯМР спектроскопии на ядрах протона (^1H) на спектрометре Bruker AVANCE III 400 МГц. Для проведения исследований образец массой 30 мг растворяли при комнатной температуре в диметилсульфоксиде-d. Количество сканирований – 8.



Рисунок 12– ЯМР-спектрометр BRUKER AVANCE III HD (400 МГц)

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Предполагается, что целевым рынком будут являться биомедицина, биоинженерия, пищевая промышленность, текстильная промышленность. Полиэтилентерефталат является наиболее широко используемый для изготовления для изготовления пластиковых емкостей, волокон, пленок. Его большие объемы производства приводит к накоплению его отходов потребления, что является экологической проблемой, так как полимер разлагается в окружающей среде более чем за 100 лет.

Данная научно-исследовательская работа направлена на получение биоразлагаемого сополимера этилентерефталата и молочной кислоты.

4.1.2 Диаграмма Исикавы

Диаграмма причины-следствия Исикавы (Cause-and-Effect-Diagram) – это графический метод анализа и формирования причинно-следственных связей, инструментальное средство для систематического определения причин проблемы и последующего графического представления.

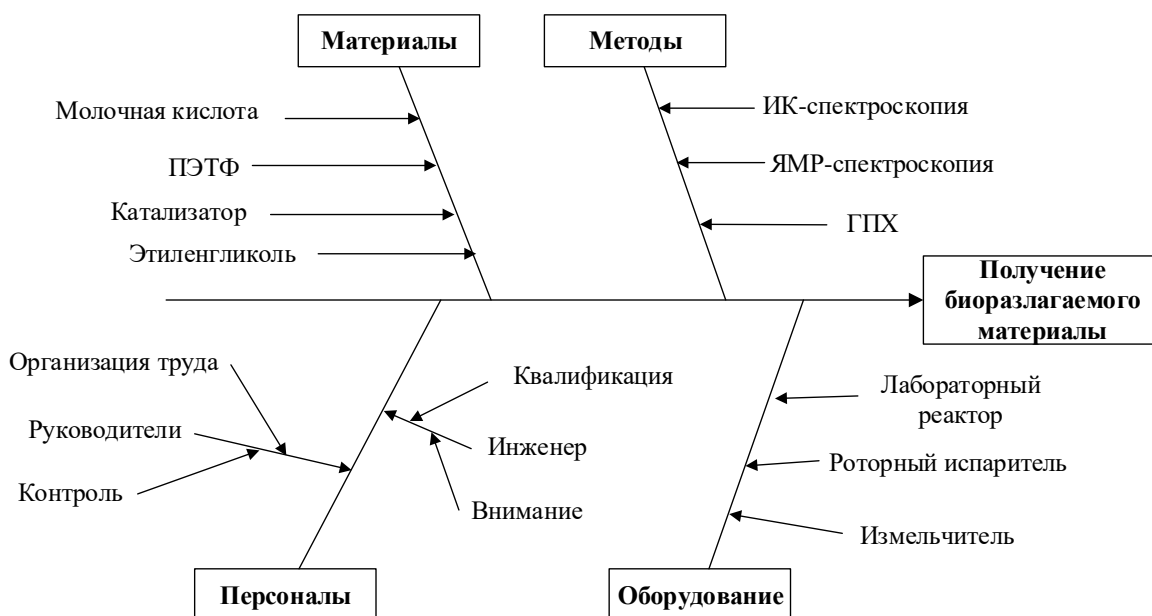


Рисунок 20 – Причинно-следственная диаграмма

Область применения:

- Выявление причин возникновения проблемы;
- Анализ и структурирование процессов на предприятии;
- Оценка причинно-следственных связей.

Пример причинно-следственной диаграммы представлен на рис.1.

4.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения (или завершения). Показатели степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	4	4
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	2	2
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	2	2
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	1	1
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	4	4
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	2	1
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	2	1
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	1
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	2	1
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	3	2
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	1	1

12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	2	1
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	2	2
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	2	2
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	3	3
	ИТОГО БАЛЛОВ	34	28

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i,$$

где $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению;

B_i – балл по i -му показателю.

По степени готовности научного проекта к коммерциализации перспективность средняя, а уровень имеющихся знаний у разработчика проект имеет ниже среднюю перспективность. Поэтому с целью повышения эффективности коммерциализации научной разработки необходимо разработать бизнес-план, создать команду для коммерциализации научной разработки, подробнее исследовать рынок сбыта и определить пути продвижения разработки на рынке, увеличить финансирование проекта, а также улучшить уровень знаний разработчика в этой области.

4.1.4 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

В качестве метода коммерциализации объекта исследования был выбран *инжиниринг*. Основанием для выбора данного метода послужило то, что потенциальные заказчики могли бы получать услуги, связанные с разработкой технологии по получению биоразлагаемого сополимера, а также получить консультации в данной области.

Также возможно использование метода *торговли лицензиями*, т.к. данная научная разработка может быть запатентована. Преимущества такого метода заключаются в следующем:

- лицензиар не вкладывает собственных средств в организацию производства;
- лицензиар не несет расходов по организации сбытовой сети;

4.2 Инициация проекта

4.2.1 Цели и результаты проекта

Целью проекта являлось получение биоразлагаемого сополимера. В качестве исходного материала были выбраны дигликолевый эфир терефталевой кислоты, полученный гликолизом полиэтилентерефталата, и молочная кислота.

В таблице 8 представлены заинтересованные стороны проекта.

Таблица 8 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
НИ ТПУ	Разработка новых материалов
ООО «НИОСТ»	Получение новых материалов на основе небiorазлагаемого полиэтилентерефталата и биоразлагаемого полилактида
Разработчик проекта	Получение новых материалов на основе небiorазлагаемого полиэтилентерефталата и биоразлагаемого полилактида

В таблице 9 представлена информация о иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Таблица 9 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Получение биоразлагаемого сополимера этилентерефталата и молочной кислоты
Ожидаемые результаты проекта:	Получение полимерных материалов способных к биоразложению
Критерии приемки результата проекта:	Определение способности к биоразложению приготовленных материалов, определение-физико-механических характеристик
Требования к результату проекта:	Требования:
	Получение биоразлагаемых полимерных материалов на этилентерефталата и молочной кислоты
	Подбор оптимальных условий для синтеза сополимера
	Подбор оптимальный загрузок исходных компонентов
	Определение способности к биоразложению

4.2.2 Организационная структура проекта

На данном этапе работы решаются следующие вопросы: кто будет входить в рабочую группу данного проекта, определяется роль каждого участника в данном проекте, а также прописываются функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в проекте. Эта информация представлена в таблице 10.

Таблица 10 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо-затраты, час
1	Новиков В.Т., ТПУ, ИШХБТ, к.х.н., доцент ИШХБТ	Руководитель проекта	Реализация проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координация деятельности участников проекта	90
2	Еремкин С.М., Младший научный сотрудник 1-й категории, Лаборатория синтеза полимеров, Дирекция полимеров, ООО «НИОСТ»	Эксперт проекта	Реализация проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координация деятельности участников проекта	100
3	Якименко Е.В., ТПУ, ОИЯ, ст.преп.	Эксперт проекта	Консультирование по выполнению английской части	4
4	Креницына З.В., ТПУ, к.т.н., доцент ОСГН	Эксперт проекта	Консультирование по выполнению раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	2
5	Немцова О.А., ТПУ, ассистент ООД	Эксперт проекта	Консультирование по выполнению раздела «Социальная ответственность»	2
6	Шарипов З.И., ТПУ, ОХИ, магистрант	Исполнитель по проекту	Получение полимерного материала способного к биоразложению	900
ИТОГО:				1098

4.2.3 Ограничения и допущения проекта

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а так же

«границы проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованных в рамках данного проекта (таблица 5).

Таблица 11 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/допущения
3.1. Бюджет проекта	Отсутствует
3.1.1. Источник финансирования	ООО «НИОСТ», НИ ТПУ
3.2. Сроки проекта:	
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	15.09.2017
3.2.2. Дата завершения проекта	1.06.2019

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ.

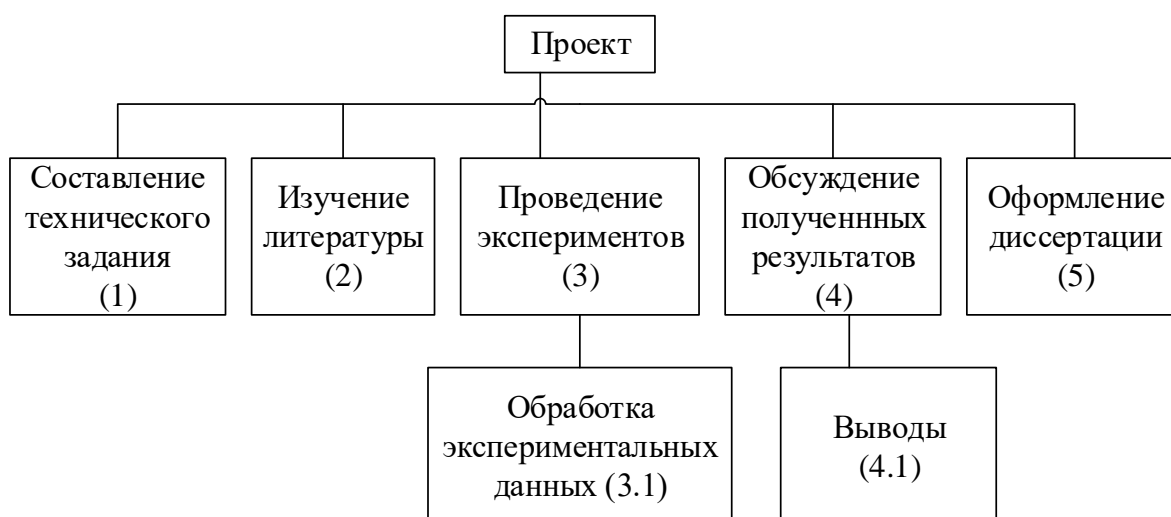


Рисунок 21 – Иерархическая структура работ по проекту

4.3.2 Контрольные события проекта

Контрольные события проекта представлены в таблице 12.

Таблица 12 – Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Изучение литературы	25.12.2017	Статьи, публикации, патенты и т.д
2	Проведение экспериментов	1.04.2019	Графики, таблицы
3	Обработка экспериментальных данных	05.05.2019	Таблицы, графики, рисунки

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
4	Обсуждение полученных результатов	20.05.2019	Отчет по проделанной работе
5	Оформление диссертации	31.05.2019	Магистерская диссертация

4.3.3 План проекта

Для данной НИР выбран линейный график планирования, так как работа выполняется последовательно, она характеризуется сравнительно небольшим количеством этапов и относится к простым.

В таблице 13 представлен календарный план проекта.

Таблица 13 – Календарный план проекта

Код работы	Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
1	Составление и утверждение проекта	1	31.01.2018	31.01.2018	Новиков В. Т.
2	Изучение литературы	120	1.02.2018	31.05.2018	Шарипов З.
3.1	Проведение полимеризации ПЭТФ	92	1.06.2018	31.08.2018	Шарипов З.
3.2	Обработка полученных результатов	4	01.09.2018	4.09.2018	Шарипов З. Еремкин С. М. Новиков В. Т
4.1	Синтез дигликолевого эфира	75	5.09.2018	18.11.2018	Шарипов З.
4.2	Выделение дигликолевого эфира из этерификата	39	19.11.2018	27.12.2018	Шарипов З.
4.3	Обработка полученных результатов	4	28.12.2018	31.12.2018	Шарипов З. Еремкин С. М. Новиков В. Т
5.1	Гликолиз ПЭТФ	90	1.01.2019	31.03.2019	Шарипов З..
5.2	Выделение дигликолевого эфира из продуктов гликолиза	21	1.04.2019	21.04.2019	Шарипов З.
5.3	Обработка полученных результатов	3	22.04.2019	24.04.2019	Шарипов З. Еремкин С. М. Новиков В. Т
6	Сополимеризация ДГЭТ и молочной кислоты	21	25.04.2019	15.05.2019	Шарипов З.
7	Обработка всех полученных результатов	4	16. 05.2019	19.05.2019	Шарипов З. Еремкин С. М. Новиков В. Т

8	Оформление магистерской диссертации	18	20.05.2019	06.06.2019	Шарипов З.
Итого:		492	31.01.2018	06.06.2019	




Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ (таблица 14).

Таблица 14 – Календрный план-график проведения НИОКР

Код работ ы	Вид работ	Исполнители	Тк, кал. дней	Продолжительность выполнения работ																	
				2018												2019					
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6
1	Составление и утверждение проекта	Руководитель	1	■																	
2	Изучение литературы	Магистрант	120		■	■	■	■	■												
3.1	Проведение полимеризации ПЭТФ	Магистрант	92						■	■	■	■									
3.2	Обработка полученных результатов	Магистрант Руководитель Эксперт	4 4 4									■									
4.1	Синтез дигликолевого эфира	Магистрант	75									■	■	■							
4.2	Выделение дигликолевого эфира из этерификата	Магистрант	39											■	■						
4.3	Обработка полученных результатов	Магистрант Руководитель Эксперт	4 4 4																		
5.1	Гликолиз ПЭТФ	Магистрант	90													■	■	■	■		
5.2	Выделение дигликолевого эфира из продуктов гликолиза	Магистрант	21																■		

Продолжение табл. 14

5.3	Обработка полученных результатов	Магистрант Руководитель Эксперт	3 3 3																	
6	Сополимеризация ДГЭТ и молочной кислоты	Магистрант	21																	
7	Обработка всех полученных результатов	Магистрант Руководитель Эксперт	4 4 4																	
8	Оформление магистерской диссертации	Магистрант	18																	

 – магистрант;
  – руководитель;
  – эксперт

4.3.4 Бюджет научного исследования

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

4.3.4.1 Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов)

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

Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов). Результаты по данной статье заносятся в таблицу 15.

Таблица 15 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за 1 кг, руб.	Сумма, руб.
ПЭТФ крист.		1,0	450	450
Молочная кислота		1,0	4793,8	4793,8
Ацетат сурьмы		0,1	400	40
Ацетат цинка		0,1	300	30
Этиленгликоль		5,0	150	750
Всего за материалы:				6063,8
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%):				303,2
Итого по статье С _м :				6367

4.3.4.2 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной

аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 16 – Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1.	Лабораторный реактор ВУСНІ (со всеми комплектующими)	1	1000000	500000
2.	Роторный испаритель ВУСНІ (со всеми комплектующими)	1	350000	210000
3	Мельница для измельчения ІКА	1	19000	19000
Всего:				729000
Затраты на доставку и монтаж (15%):				109350
Итого по статье				838350

При приобретении спецоборудования необходимо учесть затраты по его доставке и монтажу в размере 15 % от его цены. Стоимость оборудования, используемого при выполнении конкретного научного проекта и имеющегося в данной научно-технической организации, учитывается в виде амортизационных отчислений.

4.3.4.3 Основная заработная плата

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату.

$$C_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп},$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата; $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата ($Z_{осн}$) руководителя от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб},$$

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

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

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года (при отпуске в 24 раб. дня $M=11,2$ месяца, 5-дневная неделя; при отпуске в 48 раб. дней $M=10,4$ месяца, 6-дневная неделя); $F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (таблица 17).

Таблица 17 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Эксперт	Инженер
Календарное число дней	365	365	365
Количество нерабочих дней			
– выходные дни	44	44	48
– праздничные	14	14	14
Потери рабочего времени			
- отпуск	56	31	28
- невыходы по болезни	-	-	9
Действительный годовой фонд рабочего времени	251	276	266

Месячный должностной оклад работника:

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

где $Z_{\text{б}}$ – базовый оклад, руб.; $k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, (определяется Положением об оплате труда); $k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: определяется Положением об оплате труда); $k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Основная заработная плата руководителя (от ТПУ) и эксперта (от «НИОСТ») рассчитывается на основании отраслевой оплаты труда.

Отраслевая система оплаты труда в ТПУ предполагает следующий состав заработной платы:

- 1) оклад – определяется предприятием. В ТПУ оклады распределены в соответствии с занимаемыми должностями, например, ассистент, ст. преподаватель, доцент, профессор. Базовый оклад Z_6 определяется исходя из размеров окладов, определенных штатным расписанием предприятия.
- 2) стимулирующие выплаты – устанавливаются руководителем подразделений за эффективный труд, выполнение дополнительных обязанностей и т.д.
- 3) иные выплаты; районный коэффициент.

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 18.

Таблица 18 – Расчёт основной заработной платы

Исполнители	Z_6 , руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	33664	1	0,14	1,3	49890,05	2067,16	16	33074,56
Эксперт	30200	1	0,14	1,3	44756,4	1816,2	15	27243
Инженер	26300	1	0	1,3	34190	1439,58	491	706833,78
Итого, руб.:								767151,34

4.3.4.4 Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала

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

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} ,$$

где $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата, руб.; $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной зарплаты; $Z_{осн}$ – основная заработная плата, руб.

В таблице 19 приведена форма расчёта основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 19 – Заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Эксперт	Магистрант
Основная зарплата, руб	33074,56	27243	78355,71
Дополнительная зарплата, руб	4961,18	4086,45	-
Итого по статье $C_{зп}$, руб.	776198,97		

4.3.4.5 Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

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

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды, равный 27,1 % (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

$$C_{\text{внеб}} = 0,271 \cdot 767151,34 = 207898,01 \text{ руб.}$$

4.3.4.6 Накладные расходы

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

Примем накладные расходы в размере 80% от суммы основной и дополнительной заработной платы работников.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

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

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов.

$$C_{\text{накл}} = 0,8 \cdot 767151,34 = 613721,07 \text{ руб.}$$

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составлена калькуляция плановой себестоимости НИР (табл. 20).

Таблица 20 – Группировка затрат по статьям (в рублях)

Сырье, материалы	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
6367	838350	767151,34	9047,63	207898,01	613721,07	2442535,05

4.3.5 Организационная структура проекта

В таблице 21 представлен выбор организационной структуры проекта.

Таблица 21 – Выбор организационной структуры научного проекта

Критерии выбора	Проектная
Степень неопределенности условий реализации проекта	Высокая
Технология проекта	Новая
Сложность проекта	Сложная
Взаимозависимость между отдельными частями проекта	Средняя
Критичность фактора времени (обязательства по срокам завершения работ)	Высокая
Взаимосвязь и взаимозависимость проекта от организаций более высокого уровня	Средняя

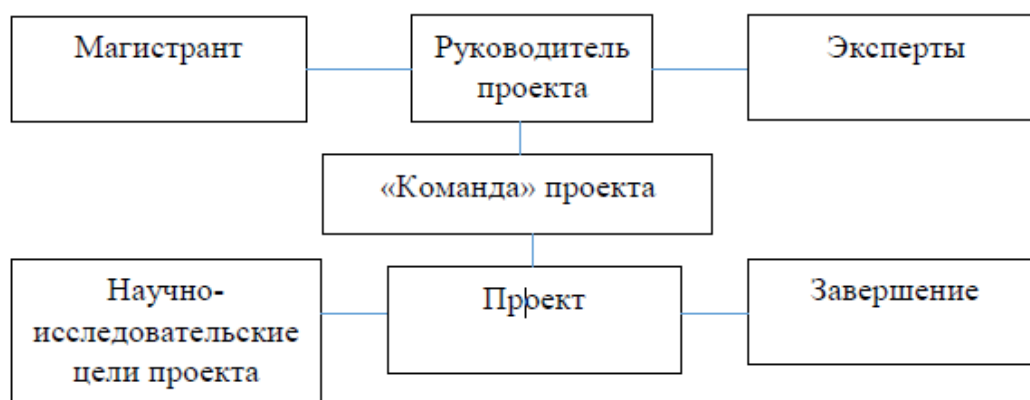


Рисунок 22 – Проектная организационная структура научного проекта

4.3.6 Матрица ответственности

Ответственный (О) – лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход.

Исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта.

Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа проекта (если этап предусматривает утверждение).

Согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов проекта и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

Для распределения ответственности между участниками проекта формируется матрица ответственности (таблица 22).

Таблица 22 – Матрица ответственности

Этапы проекта	Роль/должность	Роль/должность	Роль/должность
Составление и утверждение проекта	(О) / К.х.н., ст. преподаватель, ИШХБТ, ИШПР	(У) и.о. директора, Дирекции полимеров, ООО «НИОСТ»	
Изучение литературы	(И) /магистрант		
Проведение полимеризации ПЭТФ	(И) /магистрант	(С) м.н.с., Дирекции по полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	
Проведение прямой этерификации	(И) /магистрант	(С) м.н.с., Дирекции по химии и переработке полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	
Выделение эфира из эфиризата	(И) /магистрант	(С) м.н.с., Дирекции по химии и переработке полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	
Проведение гликолиза ПЭТФ	((И) /магистрант	(С) м.н.с., Дирекции по химии и переработке полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	
Проведение сополимеризации	(И) /магистрант	(С) м.н.с., Дирекции по химии и переработке полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	
Обработка результатов и оформление дипломной работы	(С) / К.х.н., ст. преподаватель, ИШХБТ, ИШПР	(С) м.н.с., Дирекции по химии и переработке полимеров, ЛСП, ООО «НИОСТ»	(И) /магистрант

4.3.7 План управления коммуникациями проекта

План управления коммуникациями отражает требования к коммуникациям со стороны участников проекта (таблица 23).

Таблица 23 – Плана управления коммуникациями

№ п/п	Какая информация передается	Кто передает информацию	Кому передается информация	Когда передает информацию
1.	Информация о текущем состоянии проекта	Исполнитель проекта	Руководителю магистерской диссертации	Ежемесячно
2.	Документы и информация по проекту	Исполнитель проекта	Руководителю магистерской диссертации	Ежемесячно

3.	Отчет о проделанной работе	Исполнитель проекта	Руководителю магистерской диссертации	Не позже сроков графиков и контрольных точек
----	----------------------------	---------------------	---------------------------------------	--

4.3.8 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты (таблица 24).

Таблица 24 – Реестр рисков

№ п/п	Риск	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
1.	Отсутствие финансирования	3	3	Средний	Привлечение внебюджетных средств и инвесторов	Незаинтересованность в данной разработке
2.	Проблемы внедрения на рынок	4	4	Высокий	Улучшение качества продукции, маркетинговые исследования	Выпуск некачественной продукции, отсутствие рекламы
3.	Невыполнение заданной работы в срок	3	5	Высокий	Найти стороннюю организацию по оказанию аналогичных услуг	Поломка оборудования, нехватка комплектующих, загруженность персонала

Из таблицы 19 видно, что уровень риска проекта высокий, прежде всего, из-за проблем с внедрением на рынок, которые обусловлены текущим состоянием научно-исследовательской разработки, необходимо подробнее исследовать пути продвижения данной разработки на рынке.

4.3.9 План управления контрактами и поставками

Этот план формируется в случае необходимости заключения контрактов для осуществления поставок или работ по проекту (таблица 25).

Таблица 25 – Требования к объектам контрактов

№	Объект контракта (продукт/услуга)	Требования к продукту / услуге	Требования к срокам поставки	Требования к поставщику / подрядчику
1.	Биоразлагаемый сополимер этилентерфталата и молочной кислоты	Способность к биоразложению за определенное время	По требованию	Своевременность оплаты

4.4 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Таблица 26 – Группировка затрат по статьям аналогов разработки

№	Сырье, материалы	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
1	7500	1000000	767151,34	9047,63	207898,01	613721,07	2605318,05

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}},$$

где I_{ϕ}^p - интегральный финансовый показатель разработки; Φ_{pi} – стоимость i-го варианта исполнения; Φ_{\max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Найдем значения интегрального финансового показателя для всех вариантов исполнения научного исследования:

- для разработки: $I_{\phi}^p = \frac{2442535,05}{2605318,05} = 0,937$;
- для аналога: $I_{\phi}^a = \frac{2605318,05}{2605318,05} = 1$;

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

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

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

где I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов; a_i – весовой коэффициент i -го параметра; b_i^a , b_i^p – балльная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания; n – число параметров сравнения.

Таблица 27 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог
1. Биоразлагаемость	0,25	5	5
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,25	4	4
3. Энергосбережение	0,15	4	3
4. Надежность	0,1	4	3
5. Материалоемкость	0,1	4	3
6. Безопасность	0,15	4	4
ИТОГО	1		

$$I_m^p = 5 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,15 = 4,25$$

$$I_m^a = 5 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,15 + 3 \cdot 0,1 + 3 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,15 = 3,9$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{финр}^p$) и аналога ($I_{финр}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p} = \frac{4,25}{0,937} = 4,54;$$

$$I_{финр}^a = \frac{I_m^a}{I_\phi^a} = \frac{3,9}{1} = 3,9.$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{финр}^p}{I_{финр}^a} = \frac{4,54}{3,9} = 1,15;$$

где \mathcal{E}_{cp} – сравнительная эффективность проекта; $I_{финр}^p$ – интегральный показатель разработки; $I_{финр}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Таблица 28 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Аналог 1	Разработка
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,857
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	3,9	4,25
3	Интегральный показатель эффективности	3,9	4,54
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	1,16

Вывод: сравнение значений интегральных показателей эффективности позволило определить, что существующий вариант решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности является более приемлемым.