

Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 18.03.01 «Химическая технология»
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М.Кижнера

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы Исследование влияния дисперсности исходного сырья на получение оксинитрида алюминия
--

УДК 661.862'022'17

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Судакова Милена Евгеньевна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Н.М.Кижнера	Ревва Инна Борисовна	К.Т.Н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП ТПУ	Маланина Вероника Анатольевна	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент ООТД ШБИП ТПУ	Черемискина Мария Сергеевна	-		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Н.М.Кижнера	Ревва Инна Борисовна	К.Т.Н.		

Планируемые результаты обучения по ООП 18.03.01 (бакалавр)
 направление «Химическая технология»

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Профессиональные компетенции</i>		
P1	Применять базовые и специальные, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания в профессиональной деятельности	Требования ФГОС ВО (ОПК -1, 2, 3) Критерий 5 АИОР (п.1.1), СДИО(п. 1.1, 4.1, 4.3, 4.8)
P2	Применять знания в области современных химических технологий для решения производственных задач	Требования ФГОС ВО (ПК-1, 4,18), Критерий 5 АИОР (пп.1.1,1.2), СДИО (п. 1.1, 3.2, 4.2, 4.3, 4.5, 4.6)
P3	Ставить и решать задачи производственного анализа, связанные с созданием и переработкой материалов с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии	Требования ФГОС ВО (ПК-1, 2, 4, 16 ОПК-2,3), Критерий 5 АИОР (пп.1.2), СДИО (1.2, 2.1, 4.5)
P4	Разрабатывать <i>новые</i> технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование химической технологии, <i>проектировать объекты химической технологии в контексте предприятия, общества и окружающей среды</i>	Требования ФГОС ВО (ПК-4, 5, 11), Критерий 5 АИОР (п.1.3), СДИО (п.1.3, 4.4, 4.7)
P5	Проводить теоретические и экспериментальные исследования в области современных химических технологий	Требования ФГОС ВО (ПК-10, 16), Критерий 5 АИОР (п.1.4), СДИО (п. 2.2)
P6	Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, обеспечивать его высокую эффективность, <i>выводить на рынок новые материалы</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химико-технологическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.	Требования ФГОС ВО (ПК-6,10,12,13,14,15, ОПК-6), Критерий 5 АИОР (п.1.5) СДИО (п. 4.1, 4.7, 4.8, 3.1, 4.6)
<i>Общекультурные компетенции</i>		

P7	Демонстрировать знания социальных, этических и культурных аспектов профессиональной деятельности.	Требования ФГОС ВО (ОК-1,2,3,4,6,7), Критерий 5 АИОР (пп.2.4,2.5), СДИО (п. 2.5)
P8	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС ВО (ОК-7), Критерий 5 АИОР (2.6), СДИО (п. 2.4)
P9	<i>Активно</i> владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности.	Требования ФГОС ВО (ОК-5, ПК-20), Критерий 5 АИОР (п.2.2), СДИО (п. 3.2, 3.3)
P10	Эффективно работать индивидуально и в коллективе, <i>демонстрировать лидерство в инженерной деятельности и инженерном предпринимательстве</i> , ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.	Требования ФГОС ВО (ОК-6, 7, ПК-14) , Критерий 5 АИОР (пп.1.6, 2.3) СДИО (п. 4.7, 4.8, 3.1)

Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 18.03.01 «Химическая технология»
 Уровень образования: бакалавриат
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М.Кижнера
 Период выполнения: весенний семестр 2021 учебного года

Форма представления работы:

Бакалаврская работа

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

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	08.06.2021
--	------------

Дата Контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
10.04.2021	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	
19.04.2021	Социальная ответственность	
15.05.2021	Окончание экспериментальных исследований	
02.06.2021	Окончание работы над пояснительной запиской	

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Н.М.Кижнера	Рева Инна Борисовна	к.т.н., доцент		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Н.М.Кижнера	Рева Инна Борисовна	к.т.н., доцент		

Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 18.03.01 «Химическая технология»
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М.Кижнера

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Реваа И.Б.
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

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

Студенту:

Группа	ФИО
4Г7А	Судаковой Милене Евгеньевне

Тема работы:

Исследование влияния дисперсности исходного сырья на получение оксинитрида алюминия	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:

--	--

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 – дисперсность исходных порошков Al_2O_3 и AlN, влияющая на свойства получаемой оксинитридной керамики.</p> <p>Режим работы – периодический.</p> <p>Вид сырья – тонкодисперсные порошки белого цвета.</p>
---	--

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><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>Проведение литературного обзора по тематике научно-исследовательской работы.</p> <p>Постановка задач исследования.</p> <p>Проведение комплекса экспериментов для достижения цели исследования.</p> <p>Проведение анализа и обсуждения результатов проведенной работы.</p> <p>Анализ экономической эффективности и ресурсоэффективности проекта.</p> <p>Анализ рисков и опасностей проведения исследования.</p> <p>Выводы и заключения по работе.</p>
--	---

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

<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p> <p><i>(с указанием разделов)</i></p>	
---	--

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Маланина Вероника Анатольевна, доцент ОСГН ШБИП, к.э.н.
Социальная ответственность	Черемискина Мария Сергеевна, ассистент ООТД ШБИП

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

Задание выдал руководитель/консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Н.М.Кижнера	Ревва Инна Борисовна	К.Т.Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Судакова Милена Евгеньевна		

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

Студенту:

Группа	ФИО
4Г7А	Судаковой Милене Евгеньевне

Школа	ИШНПТ	Отделение школы (НОЦ)	Н.М.Кижнера
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	18.03.01 «Химическая технология»

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

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Стоимость выполняемых работ, материальных ресурсов, согласно применяемой техники и технологии, в соответствии с рыночными ценами. Оклады в соответствии с окладами сотрудников «НИ ТПУ».</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>- районный коэффициент- 1,3; - накладные расходы – 16%; - норма амортизации 12%.</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>В соответствии с налоговым кодексом Российской Федерации. Отчисления во внебюджетные фонды – 30,2 %</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	<i>Анализ конкурентных технических решений. Проведение SWOT-анализа проекта.</i>
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Определение этапов работ; определение трудоемкости работ; разработка графика Ганта.</i>
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

<ol style="list-style-type: none"> 1. Оценка конкурентоспособности технических решений 2. Матрица SWOT 3. График разработки и внедрения ИП 4. Бюджет ИП 5. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

--	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент ОСГН ШБИП ТПУ	Маланина Вероника Анатольевна	к.э.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Судакова Милена Евгеньевна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4Г7А	Судаковой Милене Евгеньевне

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	Н.М. Кижнера
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	18.03.01 «Химическая технология»

Тема ВКР:

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: керамика на основе оксинитрида алюминия. Область применения: электротехнические приборы гражданского, военного, космического назначения, огнеупоры для металлургической промышленности, бронекерамика.</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; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – Федеральный закон №426-ФЗ от 28 декабря 2013 года «О специальной оценке условий труда» – Федеральный закон №186-ФЗ «О техническом регулировании» от 27 декабря 2002 года – Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 №197-ФЗ (ред. от 27.12.2018) – ГОСТ 12.2.033-78 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования
<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>Вредные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – отклонение показателей микроклимата; – недостаточное освещение рабочей зоны; – превышение уровня шума; – превышение уровня вибрации. <p>Опасные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – подвижные части производственного оборудования; – повышенная концентрация вредных химических веществ в воздухе; – возможность поражения электрическим током, пожар. <p>Приведены</p>

	рекомендации по улучшению микроклимата в рабочем помещении, рекомендации по минимизации влияния шума и вибрации, рекомендации к мерам пожарной безопасности, способы защиты от электрического тока.
3. Экологическая безопасность:	Керамическое производство является одним из самых экологически чистых. Однако, если учитывать даже минимально возможный вред, то: Атмосфера: пыли и аэрозоли; Гидросфера: загрязнение сточных вод; Литосфера: пожар, вследствие неисправности электропроводов.
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные ЧС: химическая авария, взрыв, пожар, социальные (например, терроризм). Наиболее типичная ЧС: пожар.

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Черемискина Мария Сергеевна	-		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Судакова Милена Евгеньевна		

Реферат

Выпускная квалификационная работа содержит: 85 страниц, 24 рисунка, 26 таблиц, 46 источников.

Ключевые слова: оксинитрид алюминия, керамика, AlON, дисперсность, добавки, оксид иттрия, оксид магния, физико-механические свойства, порошок.

Объектом исследования является дисперсность исходных порошков Al_2O_3 и AlN, необходимых для синтеза оксинитрида алюминия.

Целью работы является исследование получения AlON на основе нанодисперсного и микродисперсного сырья.

В процессе исследования проводились исследования по получению оксинитрида алюминия и изучения его физико-механических свойств в зависимости от дисперсности исходных компонентов.

В результате исследования было установлено влияние дисперсности исходных порошков на синтез оксинитрида алюминия, так же было показано влияние спекающих добавок и времени выдержки на свойства полученных образцов.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: научно-исследовательская работа проводилась в лаборатории НОЦ Н.М.Кижнера НИ ТПУ, оснащённой всем необходимым для исследования оборудованием.

Степень внедрения: работа находится на стадии исследований.

Область применения: оптические приборы, военная промышленность.

Экономическая эффективность/значимость работы: полученные образцы оксинитридной керамики, полученные методом, описанным в данной исследовательской работе, являются конкурентоспособными относительно аналогов на рынке.

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	13
1 Обзор литературы	15
1.1 Свойства и области применения AlON.....	16
1.2 Способы получения AlON	17
1.2.1 Плазменное спекание (SPS)	17
1.2.2 Горячее прессование (HIP)	18
1.2.3 Реакционное спекание	19
1.2.4 Осаждение из раствора.....	20
1.2.5 Микроволновое спекание.....	22
1.3 Способы интенсификации процессов синтеза AlON	23
1.3.1 Введение добавок.....	24
1.3.2 Увеличение времени выдержки	25
1.3.3 Изменение дисперсности исходных порошков	26
2 Методы исследования.....	27
2.1 Пикнометрический способ определения истинной плотности	27
2.2 Рентгенофазовый анализ	29
2.3 Электронная микроскопия	31
3 Расчеты и аналитика	34
3.1 Характеристика исходных материалов.....	34
3.2 Разработка технологии получения оксинитридной керамики	40
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..	51
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	51

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений.....	51
4.1.2 SWOT-анализ	53
4.2 Планирование научно-исследовательских работ	55
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования.....	55
4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ.....	56
4.3.3 Разработка графика проведения научного исследования.....	58
4.2.4 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)	61
4.3 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	66
5 Социальная ответственность	68
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	68
5.2 Производственная безопасность	70
5.2.1 Анализ вредных и опасных факторов.....	71
5.2.2 Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов	73
5.3 Экологическая безопасность.....	76
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	77
5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые может инициировать объект исследований	77
5.4.2 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть на рабочем месте при проведении исследований.....	77
5.4.3 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС	78
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	81
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	82

ВВЕДЕНИЕ

Прозрачная керамика в последнее время приобрела большой интерес и известность. Основные области применения включают лазеры и режущие инструменты, прозрачные бронированные окна, приборы ночного видения и носовые конусы для ракет с тепловым наведением.

Ученые со всего мира заинтересованы в изучении прозрачной AlON-керамики, поскольку она считается важным оптическим материалом благодаря своей высокой прочности и твердости, устойчивости к влажности, обладает отличными оптическими свойствами.

Создание в России прозрачной керамики на основе оксинитрида алюминия для использования ее в военной промышленности, является актуальной задачей. Использование прозрачного AlON позволит обеспечить армию более качественной и практичной защитной, а также уменьшит вес бронированной техники и возможные затраты.

Данный материал является конкурентоспособным по отношению к уже существующим аналогам. Так как производство такой керамики довольно затратное, а технология все еще не до конца изучена, приоритетным направлением является изучения способов интенсификации процесса синтеза AlON.

В данной работе целью исследования является синтез оксинитрида алюминия и изучение влияния дисперсности исходных порошков на свойства полученных образцов.

Задачи работы:

- получение образцов заданного состава;
- определение свойств обожжённых образцов;
- определение фазового состава исходных компонентов и полученных образцов методом РФА;

- изучение и анализ микрофотографий исходных порошков и полученных образцов;
- сравнительный анализ образцов, полученных из порошков различной дисперсности.

1 Обзор литературы

Оксинитрид алюминия (ALON) представляет собой прозрачный, за счет отсутствия пор, керамический материал, поликристаллической структуры. ALON имеет кубическую кристаллическую структуру шпинели, которая стабилизируется добавлением небольших количеств азота в широком диапазоне составов [1].

ALON – это область твердого раствора на двойной линии фазовой диаграммы $\text{AlN}-\text{Al}_2\text{O}_3$, которая на самом деле является псевдобинарной в системе $\text{Al}-\text{O}-\text{N}$. Однако все еще многие современные исследования проводятся для уточнения фазовой диаграммы и точного диапазона составов кубической фазы.

Отличительными физическими свойствами этого материала являются оптическая прозрачность ($\geq 80\%$) в ближнем ультрафиолетовом, видимом и средневолновом инфракрасном диапазонах электромагнитного спектра, прочность и твердость.

Благодаря своим физическим свойствам ALON используют в качестве прозрачной брони, например, пуленепробиваемые и взрывозащитные окна бронированных машин, для военной инфракрасной оптоэлектроники, для изготовления осветительных приборов.

Изделия изготавливают с помощью различных методов обработки оксидных порошков, основными из которых являются реакционное спекание, горячее прессование и метод СВС. Далее наступает этап термообработки заготовки при повышенных температурах. После чего для достижения прозрачности проводятся шлифование и полировка. Шлифование и полировка повышают ударопрочность и другие механические свойства материала.

Поскольку прозрачная керамика подразумевает отсутствие пор, то для уменьшения их количества вводят различные спекающие добавки: Y_2O_3 , La_2O_3 , LaO , MgO и др.

1.1 Свойства и области применения AlON

AlON – кристаллический материал, который обладает превосходной оптической прозрачностью для длин волн в диапазоне с нижней границей ближнего ультрафиолета и с верхней границей порядка 5мкм, имеет высокие показатели механических свойств, таких как твердость и прочность, также устойчив к радиации и воздействию различных кислот, щелочей и воды, термостабилен.

Многие прозрачные материалы не обладают достаточной прочностью, как и наоборот, прочные материалы, как правило, непрозрачны или имеют большую толщину. В военной промышленности есть опыт использования сапфирового стекла, однако методы изготовления AlON требуют меньших финансовых затрат.

Несомненным преимуществом оксинитридной керамики является возможность изготовления ее в больших объемах с заданными параметрами. А так же преимуществом является возможность использования альтернативных методов синтеза, которые подразумевают меньшие затраты на энергию, вследствие понижения температур спекания.

Области применения такого материала определяются его свойствами и относительно низкой стоимостью.

Основные области применения такой керамики: военная промышленность, ракетостроение, оптические приборы и материалы.

В сравнение с обычным стеклом или полимерами, она обеспечивает те же показатели защиты при уменьшении толщины и веса изделия [2]. Прозрачные системы брони на основе AlON в настоящее время проходят испытания для многих оборонных систем, в перечень которых входят наземные транспортные средства, самолеты, защитные маски и жилеты [3].

AlON имеет значительные возможности передачи и формирования изображений в видимом и инфракрасном диапазонах. Это, а так же температурная стойкость, позволяют использовать материал для

изготовления прозрачных инфракрасных колпачков необходимых для ракет [4]. Эти же свойства необходимы для изготовления прозрачных оболочек для различных типов паровых ламп.

Свойства, которые отличают AlON-керамику, позволяют использовать ее в производстве разведывательных и сенсорных окон, где требуются строгие оптические требования, окон лазерной связи, очков ночного видения, окон сканеров для считывания штрихкодов, плат для интегральных схем.

1.2 Способы получения AlON

Получение оксинитрида алюминия предполагает процесс, основные этапы которого подразумевают синтез керамических порошков, формование и спекание. Только после полного спекания можно добиться высокой оптической прозрачности. Основные способы получения:

- плазменное спекание;
- горячее прессование;
- реакционное спекание;
- осаждение из раствора;
- микроволновое спекание.

1.2.1 Плазменное спекание (SPS)

Искровое плазменное спекание (spark plasma sintering) - это новая технология спекания, использующая импульсный постоянный ток и одноосное давление для уплотнения материалов.

Данная методика имеет высокую скорость нагрева и охлаждения, до 730 °С в минуту. Время выдержки составляет несколько минут. Поэтому данный метод подходит для керамических, композиционных, металлических и полимерных материалов.

Процесс заключается в том, что импульсный постоянный или переменный ток создает искровой разряд и точки нагрева между частицами порошка через фильеру (графит или вольфрам), при этом к порошку прикладывается давление. Подобное нагревание позволяет получить материал высокой плотности при достаточно низкой температуре спекания в сравнении с другими традиционными методами спекания.

Искровое плазменное спекание имеет свои преимущества в области управляемости обработки. На процесс спекания влияют скорость нагрева, температура, давление и импульс постоянного тока [5].

Высокая скорость нагрева влияет на диффузию по границам зерен, что увеличивает спекаемость. Было замечено, что более высокие скорости нагрева могут использоваться для ограничения роста зерна. Также было замечено, что уменьшенный размер частиц усиливает влияние скорости нагрева на упрочнение алюминия [6].

Влияние температуры играет значительную роль в уплотнении порошка. При повышении температуры увеличивается массоперенос и как следствие плотность спекаемого образца.

Есть два эффекта давления на спекание: механический эффект и внутренний эффект. В механическом воздействии давление действует на перегруппировку частиц и разрушение агломераций. Во внутреннем эффекте давление можно оценить по движущей силе спекания.

Исследования показали, что существенного влияния на твердотельное состояние образца в зависимости от частоты и направления импульса не наблюдалось. Однако необходимы фундаментальные исследования, чтобы понять полный эффект пульсации постоянного тока.

1.2.2 Горячее прессование (HIP)

Метод горячего изостатического прессования (hot isostatic pressing) – это процесс спекания, при котором на порошок в процессе нагрева

оказывается изотропное давление газа и достигается уплотнение за счет комбинированного воздействия высокой температуры и высокого давления.

Практически полная плотность без открытой пористости может быть достигнута с помощью НР напрямую без инкапсуляции. Этот метод позволяет достичь теоретической плотности при ограниченном росте зерен там, где это невозможно при обычном спекании без давления [7].

Для успешного проведения НР необходимо в достаточной мере контролировать три переменные - давление, температуру и время.

Смесь порошков загружают в специальную форму, которая покрывается спиртовым раствором нитрида бора. Это необходимо, чтобы материалы, из которых состоит форма, не попали в состав образца. Форма помещается в вакуумную камеру, где и происходит процесс спекания. Во время спекания камера подвергается нескольким циклам «азотной промывки», а образец подвергается механическому прессованию.

1.2.3 Реакционное спекание

Реакционное спекание, так же называемое реакционным связыванием (reaction sintering) – метод спекания порошковой смеси, между компонентами которой происходит химическая реакция в течение обработки. Метод используют для получения плотной, ковалентной керамики.

В данном методе материал уплотняется за счет возникновения новой фазы в результате химической реакции. Реакция протекает между твердым веществом и газовой фазой другого вещества [8]. Повышение плотности происходит при условии, что в результате реакции образуются продукты с большей массой и объемом, чем вступающее в реакцию твердое вещество, таким образом, продукты заполняют поры спекающегося тела.

Степень спекания зависит от плотности и дисперсности исходных порошков. Процесс спекания проходит тем сложнее, чем выше данные

показатели. Это обусловлено тем, что процессу нужен усиленный массообмен между фазами.

На процесс так же влияет температура, это основной фактор, который влияет на степень и скорость спекания. Скорость спекания с увеличением температуры сначала возрастает до определённого значения, потом снижается, за счет того, что уменьшается движущая сила процесса.

Время выдержки составляет до 12 часов, по сравнению с ранее рассмотренными методами, это достаточно длительное время. Температура, при которой проводят реакционное спекание, составляет 1700–1900 °С.

Основной недостаток данного метода заключается в том, что достигнуть полностью спеченного состояния образца невозможно, так как трудно подобрать оптимальные параметры (силу прессования и пористость образца) для проведения процесса.

В исследовательской работе температура спекания образцов составляла 1850 °С, время выдержки 4 и 8 часов. Образцы различны по составу: образец без добавок, с добавкой Y_2O_3 (0,5 мас.%) и с добавкой MgO (0,5 мас. %), так же исходные порошки отличались по дисперсности. Образец с наилучшими показателями пористости (0,7 %) и водопоглощения (0,2 %) наблюдаются у образца с добавлением Y_2O_3 при времени выдержки 120 минут.

1.2.4 Осаждение из раствора

Метод осаждения из растворов, или золь-гель метод (sol-gel process) – это способ синтеза твердых материалов из молекул малого размера, чаще всего оксидных порошков. Суть процесса – преобразование мономеров в золь (высокодисперсный коллоидный раствор), который предшествует гелю, или полимерам с сетчатой структурой.

Существует несколько низкотемпературных методов синтеза геля.

Первый способ собой обычную реакцию, которая происходит в природе, когда химические соединения кремнезема, разбавленные в водных растворах, конденсируются, что приводит к образованию сетки кремнезема. Такая конденсация может происходить в различных водных растворах в зависимости от pH и концентрации соли. Однако, таким методом могут быть получены только морфологии SiO₂.

Другой способ, наиболее известный и распространённый, соответствует химической реакции контролируемого гидролиза с участием алкоксидов металлов и воды в спиртовом растворителе [13].

В первую очередь образуется золь, который затем постепенно развивается в направлении образования гелеобразной двухфазной системы, содержащей как жидкую фазу, так и твердую. Зачастую плотность частиц оказывается настолько низкой, что для того, чтобы определить свойства геля, необходимо сначала удалить значительную часть жидкости из системы. Достичь нужного результата можно несколькими способами. Первый и самый простой способ, осаждение под действием сил тяжести в течение некоторого времени. После отстаивания необходимо слить оставшуюся на поверхности жидкость. Также для разделения фаз можно использовать разделение при помощи центробежных сил.

Далее происходит процесс сушки – удаления жидкости, находящейся в порах, приводит к высыханию геля под названием «ксерогель». Как правило, он приводит к усадке и уплотнению. Скорость сушки определяется пористостью.

После сушки необходима термическая обработка (обжиг), который приводит к улучшению механических свойств. Так же на этом этапе образец приобретает стабильную структуру за счет окончательного спекания, уплотнения и роста зерен.

Золь может быть либо осажден на подложку для формирования пленки, путем литья в подходящий контейнер с желаемой формы или использован для синтеза порошков.

По сравнению с более традиционными методами обработки, золь-гель метод является более дешевым, низкотемпературным и позволяет точно контролировать химический состав продукта.

Синтез AlON подразумевает следующие конкретные стадии [14]:

- образование солей. На первом этапе алкоксид алюминия, сахара и карбамид растворяют в этаноле. К полученному раствору добавляется ацетат магния. Раствор перемешивается магнитной мешалкой в течение нескольких часов при температуре 50 °С;
- образование геля. На этом этапе раствор нагревают в течение нескольких дней при 40 °С. Сахарозу и карбамид удаляют нагревом до 250 °С в течение нескольких часов;
- этап прокаливания. Полученный гель прокаливают при 1000 °С в течение часа в атмосфере N₂;
- кристаллизация аморфного геля. На этом этапе в атмосфере азота и температуре 1700 °С в течение 3 часов альфа-оксид алюминия реагирует с AlN, в результате чего получается AlON. Полученный порошок необходимо промыть водой и этанолом и высушить.

1.2.5 Микроволновое спекание

Микроволновое излучение (microwave radiation) – один из методов спекания, применимый в производстве керамики. Основан на сверхвысокочастотном (СВЧ) нагреве спекаемого образца.

Диапазон частот излучения от 300 МГц до 300 ГГц, который в свою очередь, делится на 3 зоны излучения:

- ультравысокочастотное;
- сверхвысокочастотное;
- крайне высокочастотное излучение.

Отличительная особенность микроволн – большая длина волны и невысокая энергия квантов излучения [9].

СВЧ-поле проникает на всю глубину порошка, за счет чего получается более равномерное и быстрое нагревание, за счет того, что скорость нагрева не ограничена теплопроводностью. Поэтому на выходе получается продукт с однородной микроструктурой.

Для прозрачных керамических образцов микроволновое спекание можно проводить при температурах ниже, чем при обычном спекании, а также за более короткое время.

Однако, чтобы получить полностью прозрачный и плотный материал, образцы необходимо после микроволнового метода спекать при более высоких температурах.

При использовании данного метода спекания можно значительно повысить эффективность использования электроэнергии, повысить скорости реакции и спекания, время цикла, таким образом, сократив затраты.

1.3 Способы интенсификации процессов синтеза AlON

Процесс синтеза AlON имеет достаточно большие энергетические затраты, в основном из-за того, что необходимым условием реализации процесса спекания является термическая активация, то есть является синтеза при высоких температурах.

В зависимости от метода синтеза и различных параметров на выходе получают продукты с различными свойствами. В производстве оксинитридной керамики следует стремиться к минимизации количества пор, прозрачности и прочности продукта. Поэтому необходимо рассмотреть возможные пути интенсификации активации порошков.

В данной работе рассмотрено влияние следующих аспектов:

- введение добавки Y_2O_3 в количестве 0,5 % сверх 100 %;

- введение добавки MgO в количестве 0,5 % сверх 100 %;
- увеличение выдержки;
- изменение дисперсности порошков.

1.3.1 Введение добавок

Для получения прозрачной и плотной керамики на основе оксинитрида алюминия из образцов необходимо удалить остаточные поры и вторичные фазы, так как считается, что именно они ухудшают оптические свойства AlON-керамики. Для достижения этих целей могут быть использованы спекающие добавки. На уплотнение и устранение пор влияет их способность к образованию жидкой фазы в процессе спекания.

В качестве добавок в данной исследовательской работе рассматриваются Y_2O_3 и MgO. Mg^{2+} имеет схожий ионный радиус, что Al^{3+} в оксинитриде алюминия (ионный радиус 0.65 и 0.50 Å для Mg^{2+} и Al^{3+} , соответственно), а Y^{3+} имеет такую же поливалентность как Al^{3+} .

Поскольку в работе добавки вводятся в малых количествах 0,5 % сверх 100% (0,15 г), то необходимым условием является их равномерное распределение в смеси исходных порошков. Это обеспечивается за счет смешения исходных порошков и порошков добавок в планетарной мельнице в присутствии изопропилового спирта, который выступает как инертная среда.

Введение спекающих добавок приводит к увеличению кажущейся плотности. Наибольшую плотность, минимальную пористость и водопоглощение имеют образцы, содержащие оксид иттрия. Тем самым получается более плотный и менее пористый материал.

Добавление оксида магния в сравнении с образцами без добавок так же положительно сказывается на параметрах полученных образцов.

Таким образом, выявлено, что обе добавки показали себя как эффективные для интенсификации процесса синтеза AlON, но наибольшее действие оказывает добавка оксида иттрия.

1.3.2 Увеличение времени выдержки

В ходе работы отформованные образцы в виде таблеток ($d = 12$ мм) подверглись обжигу в высокотемпературной печи. Температура обжига в среде азота 1850 °С. Выдержка производилась в течение 4 и 8 часов (120 и 240 минут соответственно).

Теоретически при увеличении времени выдержки пористость образцов должна уменьшаться. Кажущая плотность с увеличением времени выдержки, наоборот, увеличиваться.

При проведении эксперимента выявлено, что образцы, обожженные при времени выдержки 4 часа имеют пористость меньше в сравнении с 8-часовыми образцами, а кажущаяся плотность больше, чем образцы, время выдержки которых составило 8 часов.

Это связано с тем, что длительная выдержка при высокой температуре (выше 1800 °С) происходит рост зерна, который негативно влияет на процесс спекания.

Кроме того, известно, что начало поверхностной диффузии происходит при температурах меньше, чем граничная диффузия, сказываясь негативно на уплотнении [11]. Это объясняется тем, что диффузия по поверхности приводит к переходу пор в сферическую форму, уменьшая при этом движущую силу механизмов уплотнения. То есть, при длительной выдержке, когда образец долго находится под действием низких температур, раннее изменение формы пор окажет отрицательный эффект на спекание.

1.3.3 Изменение дисперсности исходных порошков

Одно из условий полного протекания процесса – достижение максимальной площади соприкосновения частиц исходных материалов [12]. Логично, что чем меньше частицы, тем быстрее будет протекать процесс спекания, за того, что расстояние, которое нужно преодолеть диффундирующим атомам будет меньше.

Для исследования была использована смесь микронного порошка (Al_2O_3) с нанопорошком (AlN), который сравнивался со смесью микронных порошков оксида и нитрида алюминия.

Использование нанопорошка в составе приводит к получению более плотных образцов. Однако усадка при использовании нанопорошка больше, нежели при использовании микронного порошка.

Таким образом, дисперсность исходного состава на прямую влияет на процесс синтеза AlON .

2 Методы исследования

К основным методам исследования синтезированных материалов относятся:

- пикнометрический способ определения истинной плотности;
- рентгенофазовый анализ (РФА);
- электронная микроскопия.

2.1 Пикнометрический способ определения истинной плотности

Истинная плотность – физическое свойство материи, которое определяется как отношение массы (m) объекта к единице его объема (V_a) при условии отсутствия пор и пустот:

$$\rho_{\text{ист}} = \frac{m}{V_a} \quad (1)$$

Объем объекта увеличивается с повышением температуры из-за объемного теплового расширения. Следовательно, согласно уравнению (1), плотность объекта зависит от его температуры, при этом более высокая температура приводит к более низкой плотности.

Плотность газа также зависит от давления. Тем не менее, это неважно в случае жидких и твердых веществ.

Пикнометр представляет собой колбу точного объема с плотно прилегающей пробкой из матового стекла с тонким отверстием в ней. Это тонкое отверстие выпускает оставшуюся жидкость после закрытия пикнометра, таким образом можно заполнить весь объем пикнометра. Это позволяет измерять плотность веществ с высокой точностью. Плотность измеряется относительно рабочей жидкости, такой как вода, ртуть или керосин.

Пикнометр используют для определения плотности веществ в жидком и твердом состоянии. Пикнометр используется в стандарте ISO: ISO 1183-1: 2004, и стандарт ASTM: ASTM D854.

Чтобы определить пикнометрическим методом плотность жидкости необходимо выполнить следующие действия [15]:

- определяем массу пикнометра, взвесив его в пустом виде на весах;
- сначала заливаем пикнометр дистиллированной водой, для которой значения плотности, зависящие от температуры известно. Определяем массу воды;
- повторяем процедуру для жидкости с неизвестной плотностью (ρ_L) и определяем ее вес мл (измеренный вес минус вес пустого пикнометра);
- из соотношения определяем плотность измеряемой жидкости:

$$\rho_L = \frac{m_L}{m_{H_2O}} \cdot \rho_{H_2O} \quad (2)$$

где: m_{H_2O} – экспериментально определенный вес воды,

m_L – экспериментально определенный вес исследуемой жидкости.

Пикнометр можно также использовать для определения плотности однородного твердого объекта, который не растворяется в рабочей жидкости. В данной исследовательской работе в качестве твердого объекта выступают порошки. Методика выглядит следующим образом [16]:

- первую очередь определяем вес пикнометра (m_1) для уточнения его объема ($V_{\text{пик}}$);
- в пикнометр добавляется порошок известной массы, замеряется масса пикнометра с материалом (m_2);
- далее пикнометр заполняется жидкостью известной плотности, в которой порошок полностью нерастворим (m_3);

- затем необходимо измерить вес пикнометра заполненного только жидкостью с известной плотностью (m_4);
- из соотношения определяем плотность измеряемого порошка:

$$\rho_S = \frac{m_S}{V_S} \quad (3)$$

где m_S – масса исследуемого вещества в пикнометре ($m_2 - m_1$),

V_S – рассчитанный объем порошка, помещенного в пикнометр:

$$\frac{m_4 - m_1 - m_3 - m_2}{\rho_{\text{жид}}} \quad (4)$$

При использовании данного метода необходимо помнить, что

- колба пикнометра и его крышка не должны меняться;
- пикнометр должен быть чистым и сухим перед тем, как первоначальное взвешивание;
- в колбе не должно быть пузырьков воздуха;
- внешняя сторона пикнометра перед взвешиванием должна быть совершенно сухой.

2.2 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ (РФА) – это метод, который заключается в анализе дифрактограммы порошка, позволяющий идентифицировать по кристаллические фазы в составе образца и определить их относительную концентрацию. Так же позволяет обнаружить изоморфные примеси, так как благодаря этому методу можно точно определить параметры элементарной ячейки.

Широкое распространение рентгеновской дифракции связан с тем что теория рентгеноструктурного анализа хороша изучена, пробы представляют собой порошок, которой готовится истиранием, а так же с тем, что качественные результаты можно получить в короткие сроки.

Рентгеноструктурный анализ выполняется с помощью источника рентгеновского излучения $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$).

Кристаллы представляют собой регулярные массивы атомов, а рентгеновские лучи можно рассматривать как волны электромагнитного излучения. Атомы рассеивают рентгеновские волны, в первую очередь, через электроны атомов. Это явление известно как упругое рассеяние. Эти волны конструктивно складываются в нескольких конкретных направлениях, определенных законом Брэгга [17]:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (5)$$

где d – расстояние между дифрагирующими плоскостями,

θ – угол падения,

n – любое целое число, характеризующее порядок дифракции,

λ – длина волны луча.

На рисунке 2.2 показан процесс отражения рентгеновских лучей кристалла.

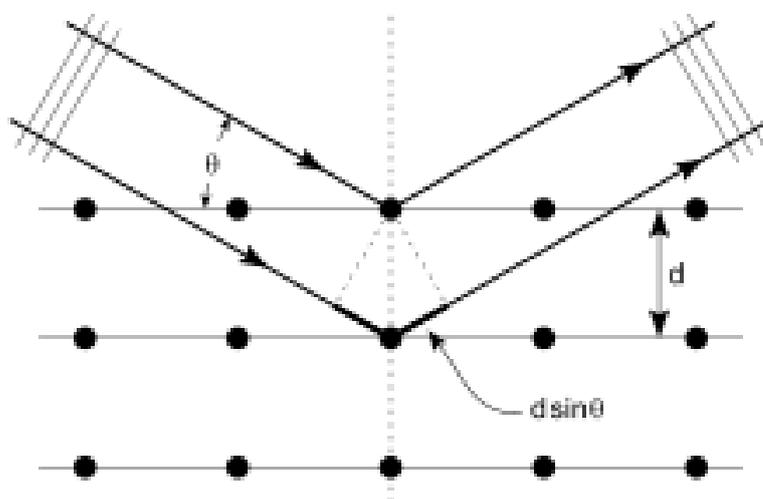


Рисунок 2.2 – Отражение рентгеновских лучей в кристалле по Брэггу

Это уравнение (5) применяют для расчета межплоскостных расстояний d , которое соответствует определенной кристаллической решетке. Угол падения луча θ и длина волны λ задаются в ходе эксперимента.

Устройствами для РФА являются рентгеновские дифрактометры. Эти устройства применимы для изучения качественного и количественного анализа веществ [18].

Качественный фазовый анализ заключается в сравнении значений, полученных в ходе эксперимента со стандартными, так как каждому определенному веществу соответствует своя дифракционная картина. Сравнивают значения межплоскостных расстояний d и относительных интенсивностей I . Такой анализ позволяет разделить и распознать отдельные фазы неоднородной системы.

Количественный фазовый анализ является вторым этапом, который проводится только после качественного анализа. Он основан на статической зависимости между интенсивностью дифракционного отражения и содержанием фазы в образце. Стоит учитывать, что на интенсивность отражений влияет значение среднего коэффициента поглощения рентгеновских лучей в образце.

Таким образом, для проведения количественного фазового анализа необходимо найти эту зависимость и определить средний коэффициент поглощения материала, или применить такой метод, где не происходит влияние коэффициента поглощения.

Используются следующие методы количественного анализа: метод смешения, метод независимого стандарта, метод гомологических пар, метод наложения.

Недостатками метода рентгенофазового анализа является глубина проникновения рентгеновского излучения в материал, дорогое оборудование, относительно низкая чувствительность определения.

2.3 Электронная микроскопия

Электронная микроскопия – это универсальный инструмент с рядом методологий для характеристики микроструктурных особенностей образца,

таких как морфология, кристаллическая и дефектная структура, в масштабе от 10 мкм до 10000 мкм.

В методе используется сфокусированный электронный пучок, который при взаимодействии с образцом генерирует различные сигналы: неупруго рассеянные или упруго рассеянные электроны, оже-электроны, рентгеновские лучи и катодolumинесцентное излучение.

Наиболее распространенные методы для представления структуры поверхностей наноматериалов – сканирующая (SEM) и просвечивающая (TEM) электронная микроскопия [19].

При визуализации с помощью SEM электронный луч распространяется по поверхности образца, где изображение создается вторичными электронами и электронами, рассеянными назад. Эти вторичные электроны в основном теряются на поверхности, что дает информацию о морфологии и топографии образца.

TEM изучает взаимодействие электронного луча, проходящего через образец. Он полезен при анализе устройства для отслеживания наличия обширных дефектов.

Основным устройством в электронной микроскопии является электронный микроскоп, который отличается от оптического тем, что изображение получают не при помощи потока света, а с использованием потока электронов в вакууме.

Разрешающая способность электронных микроскопов выше, чем у световых, поэтому они могут определять структуру более мелких объектов, порядка 10^{-10} метра. Это связано с тем, что длина волны электрона во много раз короче, чем длина волны фотонов видимого света. [20].

Схема просвечивающего электронного микроскопа представлена на рисунке 2.3

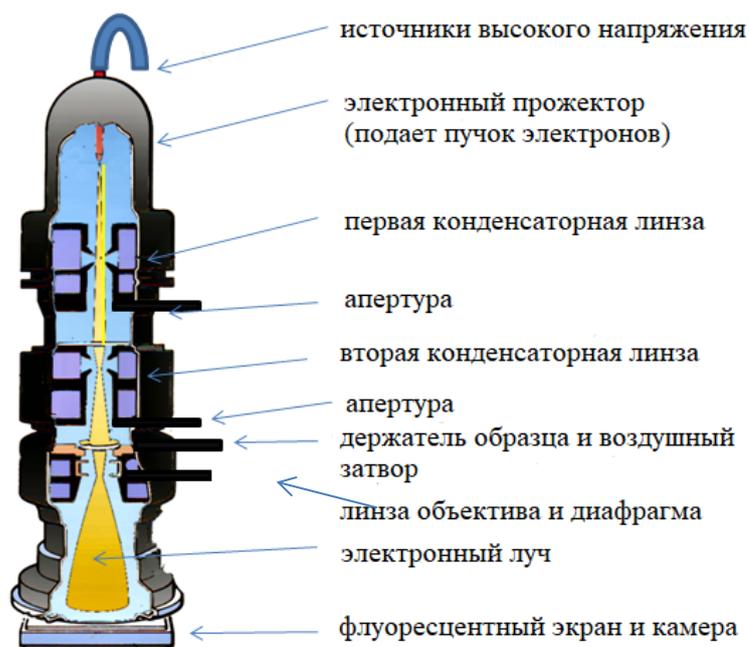


Рисунок 2.3 – Схема просвечивающего электронного микроскопа

В настоящее время электронные микроскопы воспроизводят цифровые микрофотографии благодаря специальным камерам. Изображение является результатом рассеяния электронов атомами в образце.

В качестве аналога стеклянных линз оптического микроскопа электронные микроскопы используют электромагнитные линзы, которые состоят из катушки с проволокой, обернутой вокруг внешней стороны трубки, обычно называемой соленоидом. Электронный микроскоп имеет линзы с переменным фокусным расстоянием. Расстояние между образцом и линзой объектива и расстояние между линзами остаются постоянными. Увеличение определяется в основном величиной тока через промежуточную катушку и катушку объектива проектора.

В качестве источника электронов используется термоэлектронная пушка, а изображение или электронная микрофотография просматривается на экране, а не в окуляре, что упрощает процесс анализа полученной картины.

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Основным продуктом научно-исследовательской работы исследования является оксинитрид алюминия. ALON - прозрачный материал, который обладает уникальными химическими, оптическими и механическими свойствами, поэтому его используют в производстве прозрачной брони, окон, пропускающих ИК-спектр, оптики для лазеров, иллюминаторов и сканеров для считывания штрих-кодов.

Целью данного раздела является оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований.

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Насколько коммерческий проект выгоден, определяют по преимуществам продукта перед аналогами, востребованности продукта на рынке, установленной цене, бюджету научно-исследовательского проекта, срок выходу продукта на рынок.

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Детальный анализ конкурирующих разработок, существующих на рынке, необходимо проводить систематически, поскольку рынки пребывают в постоянном движении.

В России данная технология не представлена. В зарубежной практике только одна компания занимается разработкой и производством ALON – SurmetCorporation, которая находится в США, штат Массачусетс [23]. Поэтому в качестве товаров конкурентов следует рассмотреть прозрачные

бронестекла компании SurmetCorporation и бронестекло альтернативной технологии.

Данный анализ проводился с помощью оценочной карты, таблица 4.с1. В ней приведены баллы экспертной оценки исследуемой оксинитридной керамики (B_{ϕ}) и продуктов-конкурентов: оксинитрид алюминия, полученный компанией «SurmetCorporation» ($B_{к1}$), бронестекла, полученные компанией «Модуль-С» ($B_{к2}$).

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических разработок

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		B_{ϕ}	$B_{к1}$	$B_{к2}$	K_{ϕ}	$K_{к1}$	$K_{к2}$
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Выход продукта	0,3	4	5	4	0,5	0,6	0,5
2. Энергоемкость процессов	0,2	5	3	4	1,0	0,8	0,8
3. Надежность	0,2	4	5	3	0,8	1,0	0,6
Экономические критерии оценки эффективности							
4. Цена	0,1	5	4	5	0,4	0,5	0,5
6. Конкурентоспособность продукта	0,1	4	5	5	0,6	0,8	0,8
7. Финансирование научной разработки	0,1	3	5	4	0,3	0,5	0,4
Итого:	1				3,6	4,2	3,6

Анализ был проведен сравнительно с двумя основными конкурентами: конкурент 1, конкурент 2.

Критерии для сравнения и оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения, приведенные в таблице 4.1, подбираются, исходя из выбранных объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации.

Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю экспертным путем по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее

слабая позиция, а 5 – наиболее сильная. Веса показателей, определяемые экспертным путем, в сумме должны составлять 1.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i, \quad (6)$$

где

K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – балл i -го показателя.

Выводы:

- по техническим критериям рассматриваемый продукт не уступает конкурентам;
- по экономическим критериям, данный продукт уступает конкурентам 1 и 2.

4.1.2 SWOT-анализ

SWOT – это комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Результаты первого этапа SWOT-анализа представлены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Первый этап SWOT-анализа

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Увеличение твердости С2. Уменьшение пористости С3. Низкая стоимость производства в сравнении с другими методами</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Высокие затраты энергии на обжиг Сл.2 Высокая стоимость оборудования, добавок и исходных компонентов</p>
--	---	---

Продолжение таблицы 4.2

<p>Возможности: В1. Спрос на новый продукт В2. Широкий спектр использования продукта В3. Использование научно-технического потенциала НИ ТПУ</p>	<p>Комбинируя составы, а также при изменении режимов обжига и введении добавок, можно улучшить свойства продукта, что повысит его конкурентоспособность</p>	<p>Необходимо подобрать исходные параметры производства таким образом, чтобы снизить энергозатраты</p>
<p>Угрозы: У1. Изначальная малотоннажность производства и ограничения на экспорт У2. Рост конкуренции У3. Сертификация нового продукта</p>	<p>Продвижение новой технологии с целью появления спроса. Своевременное государственное обеспечение исследования</p>	<p>Продвижение новой технологии с целью появления спроса</p>

Второй этап SWOT-анализа состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений. Интерактивные матрицы проекта представлены в таблицах 4.3, 4.4, 4.5 и 4.6.

Таблица 4.3 – Интерактивная матрица проекта «Сильные стороны и возможности»

Сильные стороны проекта				
Возможности		C1	C2	C3
	B1	+	+	+
	B2	+	-	+
	B3	+	-	-

Таблица 4.4 – Интерактивная матрица проекта «Слабые стороны и возможности»

Слабые стороны проекта			
Возможности		Сл1	Сл2
	B1	+	-
	B2	-	-
	B3	-	-

Таблица 4.5 – Интерактивная матрица проекта «Сильные стороны и угрозы»

Сильные стороны проекта				
Угрозы		С1	С2	С3
	У1	-	-	-
	У2	-	-	-
	У3	-	+	+

Таблица 4.6 – Интерактивная матрица проекта «Слабые стороны и угрозы»

Слабые стороны проекта			
Угрозы		Сл1	Сл2
	У1	+	+
	У2	-	-
	У3	-	+

По результатам SWOT-анализа были выявлены сильные и слабые стороны проекта, а также угрозы и возможности. Так же было выявлено то, как можно компенсировать слабые стороны проекта за счет его возможностей и нейтрализовать угрозы с помощью сильных сторон проекта. Результаты SWOT анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Для выполнения научных исследований формируется рабочая группа, в чей состав входят: бакалавр, научный руководитель, консультант по части социальной ответственности (СО) и консультант по экономической части (ЭЧ) выпускной квалификационной работы. Составим перечень этапов и работ в рамках проведения научного исследования и проведем распределение исполнителей по видам работ, который приведен в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ работы	Содержание работ	Должность исполнителя
1	2	3	4
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель, консультант ЭЧ, СО
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Научный руководитель, бакалавр
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Научный руководитель, бакалавр
	4	Календарное планирование работ по теме	Научный руководитель, бакалавр
Теоретические исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Бакалавр
Обобщение и оценка результатов	6	Анализ полученных результатов	Научный руководитель, бакалавр
	7	Оценка эффективности полученных результатов	Научный руководитель, бакалавр
Проведение ВКР			
Разработка технической документации и проектирование	8	Написание пояснительной записки о выполненной работе	Бакалавр, научный руководитель

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ожi}$ используется формула (7):

$$t_{ожi} = \frac{3t_{\min i} + 2t_{\max i}}{5} \quad (7)$$

где $t_{ожi}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, чел. – дн.;

$t_{\min i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел. – дн.;

$t_{\max i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел. – дн.

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

$$T_{pi} = \frac{t_{ож i}}{Ч_i} \quad (8)$$

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

$t_{ож i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел. – дн;

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

Результаты расчетов занесены в таблицу 4.8.

Таблица 4.8 – Временные показатели проведения научного исследования

	Название работы	Трудоемкость работ						T_{pi} , раб.дни		T_{ki} , раб.дни	
		$t_{\min i}$, чел.-дни		$t_{\max i}$, чел.-дни		$t_{ож i}$, чел.-дни					
		Исп. 1	Исп. 2	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 1	Исп. 2
1	Составление технического задания	2	0	3	0	2,4	0	2,4	0	3	0
2	Выбор направления исследований	5	5	10	10	5	7	2,5	3,5	3	5
3	Подбор и изучение материалов	5	5	10	10	5	7	2,5	3,5	3	5
4	Календарное планирование работ по теме	3	3	5	5	5	5	2,5	2,5	3	4
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	0	20	0	25	0	46	0	26	0	39

Продолжение таблицы 4.8

6	Анализ полученных результатов	3	3	9	9	5,4	5,4	3	3	3	5
7	Оценка эффективности и полученных результатов	4	4	9	9	6	6	3	3	4	4
8	Составление пояснительной записки	0	8	0	16	0	11,5	0	11,5	0	16

Исп.1 – научный руководитель;

Исп.2 – бакалавр;

4.3.3 Разработка графика проведения научного исследования

При выполнении дипломных работ студенты становятся участниками сравнительно небольших по объему научных тем, поэтому наиболее удобным и наглядным является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Диаграмма Ганта – это горизонтальный ленточный график (таблица 4.9), на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. Данный график строится на основе таблицы 4.8.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться формулой (9):

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}} \quad (9)$$

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

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

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

Коэффициент календарности определяется по формуле (10):

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (10)$$

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

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

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

Таким образом:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{142}{142 - 18 - 4} = 1,18.$$

Таблица 4.9 – Календарный план-график проведения НИОКР

Вид работы	Исполнители	T_{ki} , дней		Продолжительность выполнения работ												
				февраль		Март			апрель			май				
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
Составление технического задания	Руководитель, бакалавр	3	0	■												
Выбор направления исследований	Руководитель, бакалавр	3	5	■												
Подбор и изучение материалов	Руководитель, бакалавр	3	5		■											
Календарное планирование работ	Руководитель, бакалавр	3	4			■										
Проведение теоретических расчетов и обоснований	Бакалавр	0	39			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Анализ полученных результатов	Руководитель, бакалавр	3	5										■	■		
Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, бакалавр	4	4										■	■		
Составление пояснительной записки	Бакалавр	0	16											■	■	■

Руководитель	Бакалавр
■	■

4.2.4 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НТИ;
- затраты на оборудование;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы.

В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям: материальные затраты НТИ; затраты на оборудование; основная заработная плата исполнителей темы; дополнительная заработная плата исполнителей темы; отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления); накладные расходы.

Материальные затраты НТИ включают стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта, в частности, сырье. Материальные затраты и затраты на оборудование для данного НТИ представлены в таблице 4.10, 4.11.

Таблица 4.10 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена в ед.,руб	Сумма, руб.
Оксид алюминия	Г	250	600	150
Нитрид алюминия	Г	50	1000	50
Оксид магния (нано)	Г	10	1000	10
Оксид иттрия (нано)	Г	10	3000	30
Изопропиловый спирт	Мл	1000	200	200
Всего за материалы				440
Транспортно-заготовительные расходы (3-5 %)				22
Итого по статье С _м				462

В данную статью включены все затраты, связанные с приобретением необходимого сырья для проведения работ по данной теме. Определение стоимости спецоборудования производили по действующим прейскурантам с учетом НДС. При приобретении спецоборудования учтены затраты по его доставке и монтажу в размере 15 % от его цены. Все расчеты по приобретению спецоборудования и оборудования, используемого для каждого исполнения темы, сводятся в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Время использования, раб.дни	Срок службы	Цена единицы оборудования, руб.	Амортизация оборудования, руб.
1	Высокотемпературная печь	1	5	4	4990070	3418
2	Гидравлический пресс	1	20	16	2600	89
3	Планетарная мельница Pulverisette	1	2	9	1410000	858
4	Сушильный шкаф	1	2	13	40000	17
5	Весы	1	24	9	60000	438
6	Пресс-форма	1	20		6000	-
Итого						10820

Амортизация рассчитывается по формуле: $A = C/n * t$, где

C - первоначальная стоимость оборудования, руб.;

n - количество лет использования;

t - время использования для исследования, года.

Приведем расчет амортизации для высокотемпературной печи:

$$A = \frac{4990070}{4} * \frac{5}{365} = 3418 \text{ руб.}$$

Все расчеты по приобретению спецоборудования и оборудования, имеющегося в организации, но используемого для выполнения конкретной темы, сводятся в таблице 4.11.

Статья заработной платы исполнителей темы включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИТ, (включая премии и доплаты) и дополнительную заработную плату. Также включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 – 30 % от тарифа или оклада:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп} \quad (11)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата;

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

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

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (12)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата одного работника;

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн. (таблица 4.12).

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} \quad (13)$$

где Z_m – 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_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб.дн.

В таблице 4.12 приведен баланс рабочего времени каждого работника НИТ.

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

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

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p, \quad (14)$$

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{тс}$);

k_d – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5

k_p – районный коэффициент, равный 1,3 для Томска.

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	Разряд	$Z_{тс}$,руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m ,руб	$Z_{дн}$, руб.	Тр, раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	-	26300	0,3	0,2	1,3	51285	2147,3	18	38651,4
Бакалавр	-	9893	0,3	0,2	1,3	19291	933	69	64377
Итого $Z_{осн}$									103028,4

В статье расходов – отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления) отражаются обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина этих отчислений определяется по следующей формуле:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (15)$$

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

Тарифы страховых взносов в 2016 году остались на прежнем уровне в соответствии с постановлением Правительства РФ от 26.11.2015 № 1265, т. е. есть общий совокупный тариф все также составляет 30%, в в том числе: 22 процента в ПФ РФ; 2,9 процента в ФСС России; 5,1 процента - в ФФОМС.

Отчисления во внебюджетные фонды представлены в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Научный руководитель	38651,4	5797,7
Бакалавр	64377	9656,6
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,3	0,3
Итого:	35544,8	

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование графических материалов, оплата услуг связи, электроэнергии, транспортные расходы и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$C = W * t * P, \text{ где}$$

W - мощность электроприбора, выраженная в киловаттах;

t - время использования оборудования, час;

P - стоимость электроэнергии, на сегодняшний день составляет – 2,45 руб/кВт.

$$C_{\text{печь}} = 40 \cdot 24 \cdot 5 \cdot 2,45 = 11760 \text{ руб.}$$

$$C_{\text{мельница}} = 1,1 \cdot 10 \cdot 2,45 = 26,95 \text{ руб.}$$

$$C_{\text{суш.шкаф}} = 4 \cdot 26 \cdot 2,45 = 254,8 \text{ руб.}$$

$$\text{Итого: } C_{\text{общ.}} = 11760 + 26,95 + 254,8 = 12041,75 \text{ руб}$$

4.3 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической 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 финансовый показатель разработки определяется как:

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

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

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).

Таблица 4.15 - Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Объект исследования / Критерии	Весовой коэффициент параметра	1	2
1. Надежность	0,2	4	5
2. Материалоемкость	0,2	3	4
3. Энергоемкость процессов	0,25	4	4
4. Удобство эксплуатации	0,15	4	3
5. Безвредность	0,2	3	4
ИТОГО	1	3,6	4,05

$$I_{p1} = 4 \cdot 0,2 + 3 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,15 + 3 \cdot 0,2 = 3,6 ;$$

$$I_{p1} = 5 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,2 = 4,05;$$

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

$$I_1 = \frac{I_{p1}}{I_1^{\text{ф.р}}} = \frac{3,6}{1} = 3,6$$

$$I_2 = \frac{I_{p2}}{I_2^{\text{ф.р}}} = \frac{4,05}{0,997} = 4,06$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных (таблица 4.16). Сравнительная эффективность проекта ($\mathcal{E}_{\text{ср}}$):

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{3,6}{4,06} = 0,88$$

Таблица 4.16 - Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Исп.1	Исп.2
1	Интегральный финансовый показатель	1	0,997
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности	3,6	4,05
3	Интегральный показатель эффективности	3,6	4,06
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	0,88	1

Вывод по разделу: в результате проведенной работы была создана конкурентоспособная разработка, отвечающая современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.