



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

Инженерная школа ядерных технологий
Направление подготовки 03.04.02
ООП/ОПОП Физика конденсированного состояния
Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА МАГИСТРАНТА

Тема работы
Получение керамических поддержек на основе оксида алюминия методом экструзии

УДК 677.523.027.3:661.862'022

Обучающийся

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

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

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин Андрей Александрович	к.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП/ОПОП, должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОСВОЕНИЯ ООП/ОПОП

Код компетенции	Наименование компетенции
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, выработать стратегию действий.
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способен организовать и руководить работой команды, выработывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способен определить и реализовать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-1	Способен применять фундаментальные знания в области физики для решения научно-исследовательских задач, а также владеть основами педагогики, необходимыми для осуществления преподавательской деятельности
ОПК(У)-2	Способен в сфере своей профессиональной деятельности организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую деятельность для поиска, выработки и принятия решений в области физики
ОПК(У)-3	Способен применять знания в области информационных технологий, использовать современные компьютерные сети, программные продукты и ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» (далее – сеть «Интернет») для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами профильной подготовки
ОПК(У)-4	Способен определять сферу внедрения результатов научных исследований в области своей профессиональной деятельности
Профессиональные компетенции	
ПК(У)-1	Способен самостоятельно ставить конкретные задачи научных исследований в области физики конденсированного состояния и решать их с помощью современной аппаратуры и информационных технологий с использованием новейшего отечественного и зарубежного опыта
ПК(У)-2	Способен свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения задач в профессиональной области и применять результаты научных исследований в проектной деятельности.
ПК(У)-3	Способен планировать и проводить фундаментальные исследования по проектам в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, модернизации современных и создания новых методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел

ПК(У)-4	Способен обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научных исследований
ПК(У)-5	Способен методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики
ПК(У)-6	Способен руководить научно-исследовательской деятельностью в профессиональной области обучающихся по программам бакалавриата



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

Инженерная школа ядерных технологий
Направление подготовки (ООП/ОПОП) 03.04.02 Физика
Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП/ОПОП
_____ Лидер А.М.
(Подпись) (Дата) (ФИО)

ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

Обучающийся:

Группа	ФИО
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович

Тема работы:

Получение керамических поддержек на основе оксида алюминия методом экструзии	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№ 142-9/с от 22.05.2023

Срок сдачи обучающимся выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе (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 функционированию (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.)</p>	<p>Пористые керамические образцы из оксида алюминия изготовленные методом экструзии</p>
<p>Перечень разделов пояснительной записки подлежащих исследованию, проектированию и разработке (аналитический обзор литературных источников 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)</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Литературный обзор – Материалы и методы – Результаты и их обсуждение – Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение – Социальная ответственность – Заключение
<p>Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)</p>	
<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы (с указанием разделов)</p>	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Маланина Вероника Анатольевна, к.э.н., доцент
Социальная ответственность	Сечин Андрей Александрович, к.т.н., доцент

Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке:

2 Материалы и методы

**Дата выдачи задания на выполнение выпускной
квалификационной работы по линейному графику**

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адильжан Канагатович		

Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки (ООП/ОПОП) 03.04.02 Физика
 Уровень образования магистратура
 Отделение школы (НОЦ) отделение экспериментальной физики
 Период выполнения _____ (осенний / весенний семестр 2022/2023 учебного года)

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 выполнения выпускной квалификационной работы**

Обучающийся:

Группа	ФИО
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович

Тема работы:

Получение керамических поддержек на основе оксида алюминия методом экструзии
--

Срок сдачи обучающимся выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
01.02.2023	Аналитический обзор литературы	
10.03.2023	Создание поддержек методом экструзионной печати	
5.04.2023	Исследование механических свойств и газопроницаемости	
25.04.2023	Анализ результатов	
25.05.2023	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	
25.05.2023	Социальная ответственность	
31.05.2023	Заключение	

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП/ОПОП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

Обучающийся

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа состоит из 101 с., 17 рис., 20 табл., 54 источников, 1 прил.

Ключевые слова: мембраны, керамические поддержки, аддитивные технологии, метод экструзии материалов, оксид алюминия

Объектом исследования являются образцы, полученные методом экструзии из фидстока, содержащего порошки из оксида алюминия.

Цель работы: разработка пористых поддержек из оксида алюминия, получаемых методом экструзии для палладий-содержащих селективных мембран.

В ходе работы проводились: поиск рабочего состава фидстока и параметров печати, дебиндинг, спекание; подготовка образцов, исследования пористости, плотности, прочности и водородной проницаемости образцов.

В результате исследований было рассмотрено влияние состава фидстока и температуры спекания на механические свойства и газопроницаемость поддержек из оксида алюминия полученных методом экструзии и сравнения их с уже имеющимися аналогами поддержек мембран.

Область применения: водородная энергетика.

Экономическая эффективность/значимость работы: технология мембранного получения водорода позволяет снизить выбросы в атмосферу, использование метода экструзии обладает высокой экономической эффективностью.

В будущем планируется создание мембран с использованием барьерного слоя из γ фазы оксида алюминия и каталитическим слоем из палладия.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	11
1 Литературный обзор.....	14
1.1 Виды мембран.....	14
1.1.1 Полимерные мембраны.....	14
1.1.2 Металлические мембраны.....	15
1.1.4 Непалладиевые мембраны.....	15
1.1.4 Палладиевые мембраны.....	15
1.2 Методы нанесения палладия на мембраны.....	18
1.2.1 Химическое осаждение из газовой фазы (ХОГФ).....	18
1.2.2 Физическое осаждение из газовой фазы (ФОГФ).....	19
1.2.3 Электрохимическое покрытие (ЭХП).....	20
1.2.4 Атомно-слоевое осаждение (АСО).....	20
1.2.5 Электрохимическое покрытие пор (ЭХПП).....	21
1.2.6 Сравнение свойств и характеристик мембран на основе оксида алюминия, полученных различными методами нанесения палладия.....	24
1.3 Аддитивное производство.....	25
1.3.1 Виды экструзионной печати.....	27
1.3.1.1 ЭМ на основе шнековой системы.....	28
1.3.1.2 ЭМ на основе плунжерной системы.....	29
1.3.1.3 ЭМ на основе филамента.....	30
1.3.2 Печать.....	31
1.3.4 Дебиндинг.....	32
1.3.5 Спекание.....	32
2 Материалы и методы.....	33
2.1 Материалы.....	33
2.2 Создания фидстока.....	33
2.3 Создание модели САПР.....	33
2.4 Печать.....	33
2.5 Дебиндинг и спекание.....	35
2.6 Подготовка образцов.....	36
2.7 Испытания на трехточечный изгиб.....	36

2.8 Плотность и пористость методом гидростатического взвешивания	37
2.9 Газопроницаемость.....	38
3 Результаты и ИХ обсуждение	40
3.1 Плотность и пористость	40
3.2 Прочность.....	41
3.3 Газопроницаемость.....	45
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение ..	51
4.1 Предпроектный анализ.....	51
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	51
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений.....	52
4.1.3 SWOT – анализ	55
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	57
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования.....	57
4.3 Бюджет научно-технического исследования.....	64
4.3.1. Расчёт материальных затрат исследования.....	64
4.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ ...	64
4.3.3. Основная заработная плата исполнителей исследования	66
4.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы.....	67
4.3.5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)	67
4.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки	68
4.3.7. Накладные расходы (расчёт затрат на электроэнергию).....	68
4.3.8. Формирование бюджета затрат	69
4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования..	69
Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение».....	71
5 Социальная ответственность.....	75
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	75
5.2 Производственная безопасность.....	76
5.3 Экологическая безопасность	84
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	85
5.5 Выводы по главе.....	86

Заключение	87
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	88
Приложение А.....	94

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день остро стоит вопрос экологически чистого способа получения энергии, который по своим параметрам не будет уступать, уже устоявшимся нефти, углю и природному газу [1]. В настоящее время уже взят курс на использование экологически чистых источников энергии, основными развивающимися отраслями являются атомная промышленность и “зеленая” энергетика. Однако, атомные электростанции хоть и работают с нулевым количеством выбросов в окружающую среду, имеют существенный недостаток, в виде отработавшего урана, который долгое время является источником, опасного для окружающей среды, радиации. Хранение урановых отходов является крайней дорогим предприятием, которое требует высокого уровня контроля. “Зеленая” энергетика, которая обусловлена использованием энергии Солнца и ветра так же получает широкое распространение, однако данные подходы имеют низкий коэффициент полезного действия и слишком зависимы от условий окружающей среды [2].

Одно из основных направлений, которое рассматривается в настоящее время это использование водорода как нового энергоносителя. Преимуществом является отсутствие прямых выбросов загрязняющих веществ и диоксида углерода в атмосферу. Использование водорода является решением экологических вопросов, а перспективными областями использования относятся энергетика, промышленность, транспортный сектор и даже бытовое применение. При использовании водорода образуется чистая вода, а для получения водорода может использоваться природный газ. Топливные элементы в отличии от аккумуляторных батарей могут работать при температурах окружающей среды от -40°C до 50°C , эта особенность позволяет использовать топливные элементы на основе водорода в самых жестких условиях. Так же транспортировка водорода по трубам более удобна, чем транспортировка нефти, так как она намного менее вязкая [3].

Получение водорода характерно высокими температурами, например,

при использовании метана нужны температуры около 1000 °С. в дальнейшем для фильтрации водорода обычные мембранные пленки не пригодны, так как они теряют свои основные свойства при высоких температурах, в свою очередь микропористые керамики способны сохранять свои свойства и характеристики под высокими температурами. Для очистки и извлечения водорода из других газов доступны различные технологии, такие как мокрая очистка, сухая очистка и адсорбция при переменном давлении, мембранное разделение, криогенная дистилляция [4]. Среди них мембранная технология была признана наиболее привлекательной благодаря таким преимуществам, как гибкость в эксплуатации, простота, энергоэффективность, компактность, небольшая занимаемая площадь, экологичность, меньшие эксплуатационные расходы и легкая интеграция с устоявшимися производственными процессами. Характеристики мембраны оцениваются по ее селективности, толщине, термической стабильности и скорости проникновения [5].

Некоторые мембранные материалы, такие как полимерные мембраны и их композиты, гидридные мембраны (мембраны на основе металлов, мембраны на основе кремния), металлические сплавы и т.д. были использованы для изготовления водородоселективных мембран. В мембранах на основе металлов используются такие металлы как ванадий, ниобий и тантал, однако палладий является наиболее привлекательным материалом, который обеспечивает высокую селективность по отношению к водороду [6]. Кроме того, процесс отделения водорода с использованием плотной палладиевой мембраны сосредоточен на том, чтобы атом водорода селективно переносился через плотный металлический слой. Кроме того, мембраны такого типа обладают высокой стойкостью к окислению и хорошей термической стабильностью (до 550°C), что позволяет использовать их при повышенных температурах. Такие свойства обеспечивают значительные преимущества очистки водорода (H₂) по сравнению с другими альтернативами, такими как полимерная мембрана и ее композиты, цеолитная

мембрана, другие металлические мембраны. Полимерная мембрана дает минимальное термическое сопротивление, проницаемость и селективность. Отлично себя показывают мембраны из керамики, такой как оксид алюминия, благодаря химической инертности, стойкой к водородному охрупчиванию и высоким температурам [7].

В данной работе объектами исследований являются поддержки из Al_2O_3 полученные аддитивными технологиями экструзионным методом.

Целью данной работы является разработка пористых поддержек из оксида алюминия, получаемых методом экструзии для палладий-содержащих селективных мембран.

Для достижения поставленной цели были поставлены следующие задачи:

1. Определение оптимального соотношения наполнителя (оксида алюминия) к полимерному связующему и получение фидстока для последующей экструзии.
2. Подбор параметров экструзии и печать «зеленых» образцов.
3. Дебиндинг и спекание полученных образцов.
4. Исследование механических свойств и газопроницаемости полученных образцов.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Виды мембран

1.1.1 Полимерные мембраны

Полимерные мембраны играют важную роль в разделении газов. Эти мембраны являются подходящим вариантом для разделения водорода из-за их преимуществ, таких как минимальная стоимость, более высокая энергоэффективность, простота использования и меньшее воздействие на окружающую среду по сравнению с традиционными методами разделения. Высокая проницаемость, механическая стабильность, высокая термическая способность и высокая селективность - идеальные свойства для выбора полимерного мембранного материала. Полимеры, которые обычно являются высокопроницаемыми, демонстрируют низкую селективность, и наоборот, в наиболее распространенных полимерах используются полисульфон, полиимид, полиамид и т.д. Свойства газоразделения полимерной мембраны сильно связаны с микроструктурой материала. Распределение по размерам и концентрация пор в свободном объеме оказывают значительное влияние на проницаемость мембраны [8].

Полимерные мембраны можно разделить на стеклянные и эластичные мембраны. Стекловидный полимер был более практичным для коммерческих целей по сравнению с эластичными полимерными мембранами из-за их хорошей газовой селективности и превосходных механических свойств. Обычно используемой стеклянной мембраной были полисульфоны, поликарбонаты и полиимиды. В стеклообразном полимере молекулы газа малого размера (H_2) более проницаемы, чем молекулы большего размера (CO_2 , N_2). Следовательно, эти мембраны подходят для отделения водорода. Тем не менее, применение полимерных мембран ограничивается соотношением между проницаемостью и селективностью. Чтобы улучшить характеристики полимерной мембраны, значительные исследовательские усилия были сосредоточены на добавлении в полимер неорганических материалов, таких

как цеолит, диоксид кремния и углеродные молекулярные сита. Этот тип мембраны называется мембранами со смешанной матрицей.

1.1.2 Металлические мембраны

Металлические мембраны обычно имеют плотную структуру, которая обеспечивает водородную проницаемость. Металлическая мембрана обеспечивает высокую селективность, высокий коэффициент диффузии и хорошую термическую стабильность при повышенных температурах [9]. Плотная структура препятствует прохождению больших молекул газа что делает селективность молекулы H_2 к другим газам (CO_2 , N_2 , CH_4 и т.д.) очень высокой. Высокая селективность означает сверхчистоту водорода. Это главное преимущество мембраны на металлической основе перед другими материалами.

1.1.4 Непалладиевые мембраны

Самым большим препятствием для использования палладиевой мембранной технологии для более широкого применения является высокая стоимость и нестабильность цен на палладий [10]. Следовательно, требуется разработка мембран с более дешевыми металлами. Металлы 5-й группы, такие как тантал (Ta), ниобий (Nb), ванадий (V) с объемно-центрированной кубической структурой, являются перспективным материалом, альтернативным Pd, благодаря их более низкой цене и высокой проницаемости для водорода. Основная проблема металлов 5-й группы для мембранных материалов - их чрезмерная растворимость по отношению к водороду, что делает мембраны чувствительными к водородному охрупчиванию, которое может привести к образованию точечных дефектов и трещин.

1.1.4 Палладиевые мембраны

В последнее время палладиевые мембраны получили широкое распространение благодаря своей высокой проницаемости и каталитическим свойствам. Существенным аспектом Pd-мембраны является ее выдающаяся устойчивость к водородному охрупчиванию и каталитическая способность

рекомбинации водорода [9,10]. Палладий является пригодным для разделения водорода в том отношении, что обладает потенциалом диссоциации молекулярного водорода до одноатомной формы, быстро диффундирующей по его решетке [11]. Кроме того, этот металл может потреблять водород примерно в 600 раз больше собственного объема, сохраняя при этом свои физические характеристики и структурные компоненты; особенность, которую Томас Грэм обнаружил в 1866 году. В зависимости от содержания металла мембрана из чистого Pd демонстрирует фазовый переход от α до β при давлении и температуре ниже 2 МПа и 300°C [12]. Это преобразование способствует деформации решетки и, следовательно, искажает решетку металла через несколько периодов, поскольку постоянная решетки β -фазы на 3% больше, чем постоянная решетки α -фазы [13]. Сплавы палладия, особенно сплавы Pd-Ag, минимизируют критическую температуру для такого дефекта и увеличивают проницаемость для водорода. Во многих технологиях разработки водорода используются мембраны из сплава палладия с поддержкой из нержавеющей стали [14]. Наивысшая водородопроницаемость наблюдается у сплава с 23 масс.% серебра [15].

Металлы ниобий и тантал имеют в 10 раз более высокую проницаемость и более низкую стоимость, чем палладий, но эти металлы не обладают каталитической активностью для диссоциации и рекомбинации водорода. Также низкая стойкость к окислению, что приводит к формированию оксидов на их поверхности. Эти ограничения препятствуют использованию ниобия (Nb) и тантала (Ta) в качестве мембран для разделения водорода [16].

Механизм проникновения водорода через пленки на основе Pd включает различные стадии, такие как:

- 1) Диссоциация молекул водорода на поверхности мембраны.
- 2) Миграция атомов проходит через мембрану Pd, тогда как электроны водорода взаимодействуют на противоположной стороне с Pd решеткой.
- 3) Обратная рекомбинация атомов на обратной поверхности мембраны

и последующая десорбция водорода с поверхности в молекулярном виде.

Поддержки мембран на основе палладия обычно подразделяются на два типа: палладиевые мембраны без подложки и мембраны из палладия с подложкой, которые также включают материалы из чистого Pd и сплава Pd. Для безпорных мембран Paglieri и Way разработали мембрану из сплава Pd/Pd с использованием трубчатой формы, с толщиной стенок 20–100 мкм [16,25]. Эти виды мембран производят H₂ сверхвысокой чистоты для использования в производстве полупроводников или для извлечения изотопов H₂. К сожалению, высокая цена материала Pd ограничивает экономическую целесообразность по сравнению с другими методами разделения [17]. Однако метод оценки характеристик чистых сплавов Pd/Pd остается важным для мелкомасштабного производства и для исследовательских целей. Эти типы мембран связаны с некоторыми проблемами, такими как высокая стоимость, отравление мембраны, долговечность мембраны, из-за этих проблем она является неэкономичной для промышленных целей. Мембраны с подложкой можно было разработать с использованием очень тонкого слоя палладия, что привело бы к снижению стоимости, поэтому были предприняты значительные усилия для улучшения методов подготовки с использованием подложек (поддержек).

Керамическая подложка – это одна из неметаллических подложек, которой можно придать множество форм с контролируемым размером пор 5–200 нм. Оксид алюминия является наиболее часто используемым керамическим материалом для производства композитных мембран из палладия, поскольку он широко доступен в различных составах, обеспечивает лучшую механическую и термическую стабильность и может быть модифицирован с использованием промежуточных слоев [18]. Шероховатость поверхности подложки из оксида алюминия обеспечивает поддержание хорошей механической прочности мембраны из сплава Pd и предотвращает образование трещин в процессе эксплуатации [19].

Пористый металл поддерживает одну из проводящих подложек со средним размером пор 0,2–100 нм, которую можно формировать с другой геометрией. Оксид алюминия, боросиликатное стекло, сталь, нержавеющая сталь – обычно используемые подложки для палладиевых мембран. Они обычно создаются спеканием порошков, а также электрохимическим осаждением. Необработанные поверхности с большим количеством пор, а также неравномерное распределение пор по размерам являются причиной дефектов мембраны и образования пор на поверхности палладиевых мембран [11]. По этим причинам при проявке бездефектная мембрана на металлической подложке создает более толстую пленку по сравнению с керамической подложкой. При использовании металлической основы требуется слой в три раза толще, чем диаметр пор [13]. Керамическая подложка (оксид алюминия) обеспечивает отличную прочность и позволяет формировать тонкие пленки на поверхности, благодаря чему улучшается проницаемость и селективность мембраны. Но в случае электрохимическим покрытием пор (ЭХПП) металлическая подложка обеспечивает отличную селективность водорода по отношению к другим газам, поскольку осаждение материала на порах из-за такой толщины мембраны уменьшается.

1.2 Методы нанесения палладия на мембраны

1.2.1 Химическое осаждение из газовой фазы (ХОГФ)

ХОГФ позволяет получать твердый материал высокой чистоты и отличных эксплуатационных характеристик. В этом методе на подложку воздействует газообразный прекурсор, который реагирует и разлагается на поверхности подложки, в то же время происходит совместное осаждение материала. Химическая реакция протекает на горячей поверхности из-за чего происходит конденсация тонкой пленки на поверхности. Аппарат для изготовления трубчатых мембран из палладиевого композита методом ХОГФ с принудительным потоком показан на рисунке 1.1 [25].

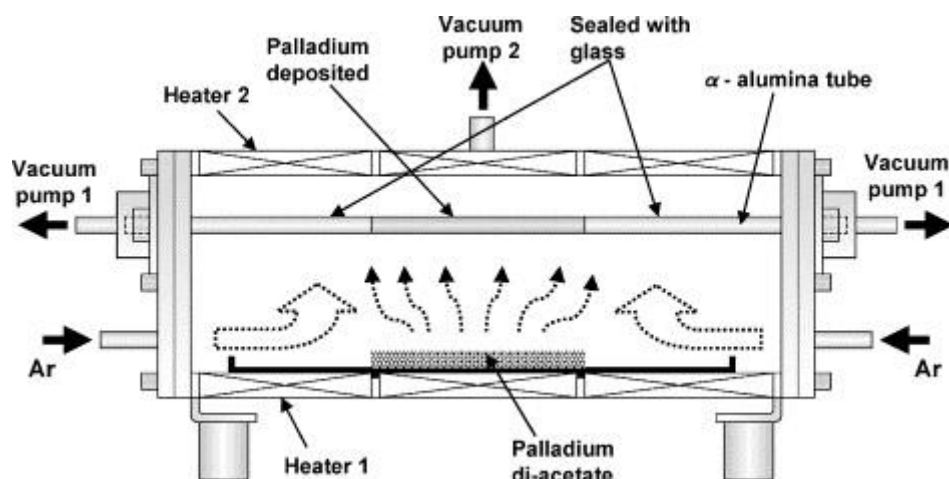


Рисунок 1.1 – Аппарат для изготовления мембран методом ХОГФ

Преимущество ХОГФ заключается в том, что материал осаждается только на нагретой поверхности из-за этих потерь материала для осаждения, было меньше. Помимо этого, у него есть некоторые ограничения:

- 1) Требуется высокая температура, которая ухудшает свойства материала.
- 2) Поддерживать постоянную температуру очень сложно.
- 3) Получение летучих побочных продуктов, удаляемых из камеры в виде газа [8], которые являются высококоррозионными, токсичными и взрывоопасными.
- 4) Высокие финансовые и эксплуатационными затраты.
- 5) Плохая однородность покрытия.

1.2.2 Физическое осаждение из газовой фазы (ФОГФ)

Это метод вакуумного напыления, который используется для нанесения тонких пленок и покрытий на поверхность. Этот метод включает четыре стадии испарение, транспортировку, реакцию и осаждение. Материал переходит из конденсированной фазы в паровую фазу, а затем обратно, образуя тонкую пленку на поверхности [8]. ФОГФ имеет ряд преимуществ, он более экологичен по сравнению с ХОГФ, потому что не выделяется токсичных газов, почти все типы неорганических материалов и некоторые используемые органические материалы в ФОГФ безопаснее, чем в ХОГФ. У данного метода есть некоторые недостатки, такие как: высокая стоимость, довольно низкая

скорость осаждения пленки, для осаждения твердого материала на поверхность требуются высокие температуры и вакуум.

1.2.3 Электрохимическое покрытие (ЭХП)

ЭХП основано на автокатализном гомогенном осаждении металла на поверхности мишени [20]. Тонкая металлическая пленка конденсируется на подложку без использования какого-либо внешнего источника, по причине этого снижаются эксплуатационные расходы. ЭХП обладают способностью создавать однородную пленку на сложных структурах [1,19]. Помимо всех преимуществ, в процессе изготовления мембраны имеется слишком большое количество браков из-за наличия некоторых дефектов, что значительно увеличивает общую стоимость мембраны. Поэтому для решения этой проблемы нужен альтернативный метод [1].

1.2.4 Атомно-слоевое осаждение (АСО)

Процесс АСО – это метод получения ХОГФ, который позволяет получать тонкую пленку на большой площади с высоким соотношением сторон [1]. При этом химические прекурсоры, вводимые на поверхность подложки, куда они направляются, химически реагируют с поверхностью из-за реакции самонасыщения с поверхностной группой и образуют самоограничивающиеся слои за слоем ультратонкие пленки [21]. Этот метод включает стадии адсорбции и окисления прекурсоров металлов. Этот метод имеет различные преимущества, такие как хорошая однородность, простой контроль толщины мембраны (в нанометровом масштабе) [1,21]. Помимо этих преимуществ, этот процесс не является экономически оптимальным по ряду причин, таких как большие отходы материала, высокие энергозатраты, эмиссия наночастиц. Этот процесс долгий, поскольку протекание химических реакций занимает слишком много времени. Известно о первом рабочем прототипе разработки селективной водородной мембраны с использованием метода АСО [22]. В этой работе Pd находится в порах верхнего слоя $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, покрывающего внутреннюю сторону керамической трубчатой поддержки.

1.2.5 Электрохимическое покрытие пор (ЭХПП)

Подход ЭХПП направлен на интеграцию палладия в поры, сохраняя ключевые преимущества ЭХП и в то же время предлагая определенные преимущества по сравнению с существующей технологией. Частицы палладия интегрируются на поверхность пор, пока полностью не покроют пору. После этого наночастицы палладия осаждаются на мостике до тех пор, пока все поры не покрываются за счет увеличения толщины пленки [23]. Толщина Pd-мембраны полностью зависит от размера пор носителя. Толщина покрытия примерно в три раза больше, чем размер пор на поверхности [24]. Однако осаждение наночастиц палладия на поверхности мембраны вместе с автокаталитической природой процесса ЭХП создает трудности для изготовления тонкой пленки [9,25]. Пытаясь решить эту проблему, была исследована техника ЭХПП, направленная на уменьшение дефектов на мембране. Этот метод направлен на включение наночастиц палладия в поры материала носителя и получение полностью плотной мембраны [20]. Также улучшаются проницаемость и селективность по водороду. Схема модели мостика из Pd, показана на рисунке 1.2 [23].

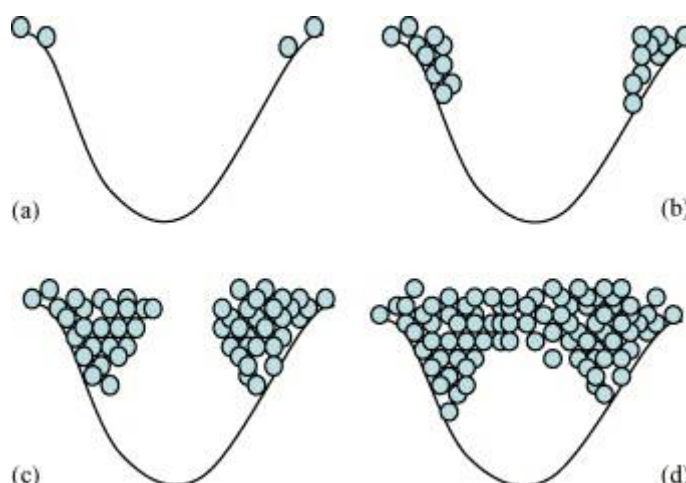


Рисунок 1.2 – Схема модели мостика, показывающая частицы, покрывающие область пор

ЭХПП имеет различные преимущества по сравнению с ЭХП:

- 1) Внедренный палладий находится только в поре, тем самым

экономя палладий;

2) Допускается прекращение химической реакции расширения металлического покрытия. Это означает предотвращение чрезмерного увеличения толщины металла во всей плотной области и сохранение воспроизводимости при любых дефектах в поддержке;

3) При повышенных температурах можно свести к минимуму образование трещин и проколов в результате деформации и сжатия стабильного покрытия из-за наличия водорода. Кроме того, металл, внедренный в поры, частично создает прерывистый слой, который частично компенсирует дефекты [10].

Много исследователей работает над техникой ЭХПП для изготовления мембран с высокой селективностью по водороду. Исследуется использование частиц CeO_2 , легированных Pd, для приготовления промежуточного слоя на пористой подложке, используя процесс ЭХПП, а не чистый CeO_2 , для улучшения проницаемости для водорода и селективности мембраны. Из-за использования однородно легированного оксида церия Pd способствует реакции внутри пор между источником Pd и гидразином, который используется для осаждения Pd, на протяжении всего этапа нанесения покрытия. Следовательно, это потенциально влияет как на толщину конечного слоя, так и на проницаемость для H_2 через композитную мембрану. Также были исследованные мембраны на основе палладия, которые были приготовлены с использованием ЭХПП и проанализированы для эксперимента по сдвигу водяного газа в мембранном реакторе с псевдооживленным слоем, и результаты показывают высокую селективность по водороду, а также высокую проницаемость.

Будущее индустрии мембран из Pd кажется очень многообещающим, поскольку многие мембраны на основе Pd продемонстрировали высокую термическую и механическую стабильность и отличные селективные свойства. Мембраны без подложки обычно плотные, что обеспечивает их

физическую прочность, и из-за высокого сопротивления проникновению газа для плотных материалов они демонстрируют превосходные характеристики разделения газов по сравнению с мембранами с подложкой. Следовательно, они актуальны для оценки внутренних свойств Pd-мембран. Ниже представлена таблица 1.1 в которой указаны основные преимущества и недостатки показанных ранее методов.

Таблица 1.1 – Преимущества и недостатки методов

Метод	Преимущества	Недостатки
ХОГФ	<ul style="list-style-type: none"> • Меньше потерь осажденного палладия • Осажденный палладий высокой чистоты 	<ul style="list-style-type: none"> • Низкая однородность • Требуемая высокая температура • Сложно поддерживать постоянную температуру • Высокие капитальные и эксплуатационные затраты
ФОГФ	<ul style="list-style-type: none"> • Экологичность по сравнению с ХОГФ • Используются неорганические и некоторые органические материалы. 	<ul style="list-style-type: none"> • Скорость осаждения пленки довольно низкая • Для осаждения требуется большое количество тепла и вакуума • Высокая капитальная стоимость
ЭХП	<ul style="list-style-type: none"> • Высокая однородность • Очень толстая мембрана в несколько микрон • Низкие эксплуатационные расходы 	<ul style="list-style-type: none"> • Сложная техника метода • Большой производственный брак
АСО	<ul style="list-style-type: none"> • Хорошая однородность • Простая техника метода • Толщина мембраны довольно толстая • Контроль толщины (нанометровая шкала) 	<ul style="list-style-type: none"> • Высокие энергетические потери. • Время, необходимое для осаждения химического вещества на поверхности. • Высокий уровень отходов материала
ЭХПШ	<ul style="list-style-type: none"> • Возможно покрытие сложной геометрии • Ультратонкая мембрана • Высокая селективность водорода по отношению к другим газам (N^2, CO^2) 	<ul style="list-style-type: none"> • Большой производственный брак

1.2.6 Сравнение свойств и характеристик мембран на основе оксида алюминия, полученных различными методами нанесения палладия

В мембранах на основе оксида алюминия катализатором выступает палладий, способы его нанесения были показаны ранее, в таблице 1.2 сравниваются свойства водородной проницаемости и селективности различных методов нанесения палладия на поверхность и поры подложки на основе оксида алюминия и т.д.

Таблица 1.2 – Сравнение характеристик различных методов нанесения

Метод	Катализатор	Подложка	Водородная проницаемость (10^{-8} моль·м ⁻¹ ·с ⁻¹ Па ^{-0.5})	Селективность (Н ₂ /N ₂)	Источник
ЭХПП	Pd	Al ₂ O ₃	0.58-0.85	>10000	[20]
АСО	Pd/Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	-	23	[9]
ХОГФ	Pd	Al ₂ O ₃	3.34	5000	[16]
ЭХП	Pd	Al ₂ O ₃	0.025-0.036	-	[20]
ЭХП	Pd/TiO ₃ /Al ₂ O ₃	PSS	$8.78 \cdot 10^8$	1795	[13]
ХОГФ	Pd	Al ₂ O ₃	2.06	780	[26]
ЭХП	Pd/Sil-1	Al ₂ O ₃	1.8	1300	[27]
ЭХП	PdAg ₂₃	Al ₂ O ₃	1.2	450	[21]
ЭХП	Pd ₉₇ Cu ₇	Al ₂ O ₃	-	>75	[12]
ХОГФ	Pd-Ni (сплав)	Al ₂ O ₃	2.06	317	[9]

Как видно из таблицы 1.2 мембраны с подложкой разработаны в основном для технологий ХОГФ, ЭХП и ЭХПП, требующих тонких слоев Pd с хорошей селективностью по Н₂, поскольку подложка обеспечивает прочность конструкции. Однако использование этих методов для функциональных приложений ограничено. Для процесса ХОГФ требуются летучие и термически стабильные прекурсоры Pd, что является ограничивающим фактором, поскольку коммерчески доступные прекурсоры

Rd являются дорогостоящими или имеют очень низкое давление пара. Для процесса ЭХП требуется токопроводящая подложка, и это вызывает беспокойство из-за шероховатости поверхности, а также из-за неравномерного распределения Rd из-за этих ограничений толщина осаждаемой пленки увеличивается. Чтобы свести к минимуму эти недостатки, технология ЭХПП обеспечивает хорошую прочность палладиевой мембраны. Так же метод ЭХПП показывает самую большую селективность среди остальных методов.

1.3 Аддитивное производство

Аддитивное производство (АП), обычно известное как 3Д-печать, представляет собой процесс соединения материалов для изготовления деталей на основе данных 3Д-модели, обычно слой за слоем, в отличие от субтрактивного производства и методологии формирующего производства. Этот процесс становится все более популярным для изготовления деталей из различных материалов, таких как керамика, полимер и металл [28]. Многие металлические методы АП, такие как методы селективное лазерное плавление (СЛП), прямым подводом энергии и материала (ППЭМ) и экструзия материалов (ЭМ), могут успешно изготавливать различные металлы, например, нержавеющей сталь [29], титановые сплавы [30], никелевые сплавы [31], кобальт [32] и алюминиевые сплавы [33]. АП также может обеспечить высокую степень свободы, легкость конструкции с практически неограниченной формой, сложность и разнообразный диапазон размеров в зависимости от процесса печати [26]. Кроме того, детали АП не ограничиваются только прототипированием, но могут применяться в различных технологиях, включая моделирование, изготовление шаблонов, производство инструментов [27]. Таким образом, детали АП могут использоваться во многих отраслях промышленности, например, в биомедицинской, аэрокосмической и энергетической [34]. Среди нескольких методов АП металлов, технология ЭМ использует недорогое оборудование, простое и безопасное, поскольку не требуется ни сыпучий металлический

порошок, ни источник высокой мощности, по сравнению с другими распространенными процессами АП металлов, т.е. лазерным плавлением (ЛП) и электронно-лучевым плавлением (ЭЛП) [35]. В последнее десятилетие метод ЭМ с металлами привлек больше внимания благодаря вышеупомянутым преимуществам и знакомству с традиционной полимерной 3Д-печатью, которая представляет собой метод послойного наплавления (МПН).

Природа ЭМ с металлами очень похожа на обычное литье металлов под давлением (ЛМД) [36]. Общие этапы обработки ЛМД и ЭМ с металлами представлены на рис. 1.3а,б,в,е и рис. 1.3а,г,д,е, соответственно. Процесс ЛМД начинается со смешивания спекаемого металлического порошка с подходящими полимерными связующими, а затем гранулирования смеси металла и связующего в фидстоке (рис. 1.3а). Затем фидсток выдавливается в форму для создания детали, обычно называемой «зеленой деталью» (рис. 1.3б). Затем полимерные связующие удаляются растворителем (необязательно) и термически (рис. 1.3д) перед спеканием деталей в контролируемой атмосфере, например, H_2 , N_2 , Ar или вакууме (рис. 1.3е).

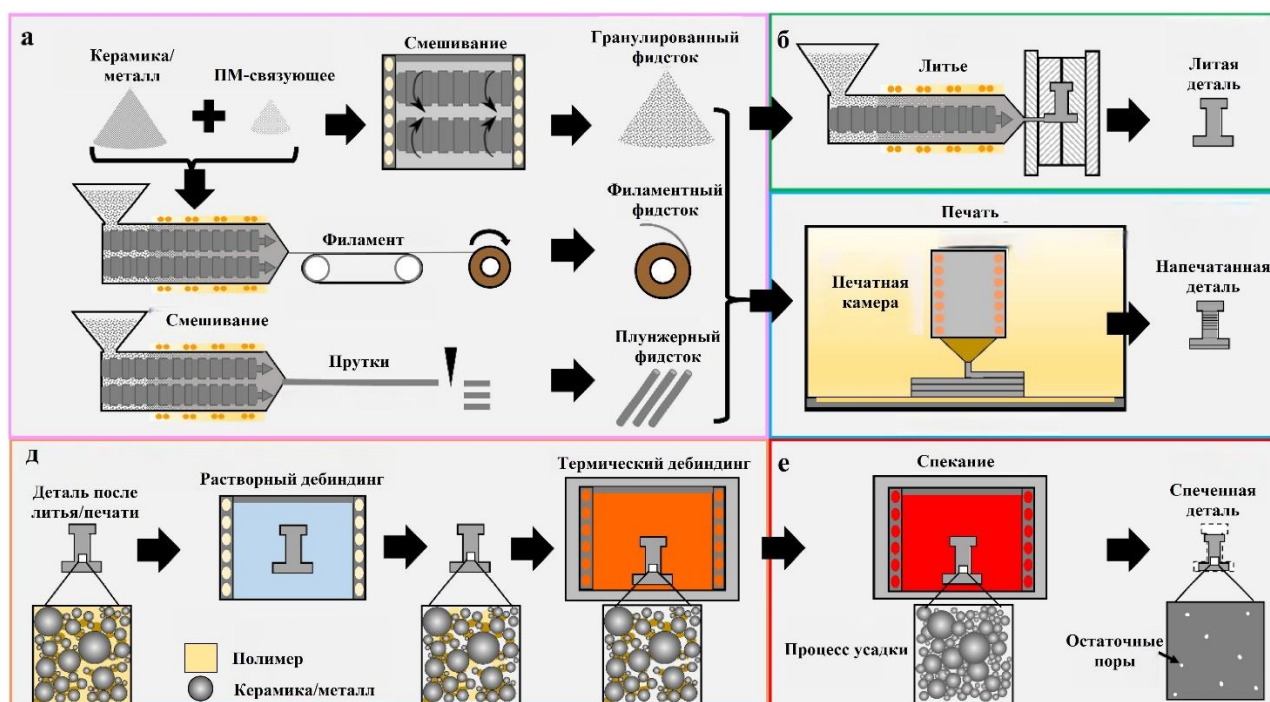


Рисунок 1.3 – Процесс создания фидстока и детали методами ЛМД и ЭМ

Во время спекания образуются поры для связи между соседними

частицами порошка, происходит уплотнение и закрытие пустот. Это вызывает усадку спеченной детали, которая в теории должна быть равномерной. Однако на практике равномерность усадки зависит от нескольких факторов, например, от однородности исходного фидстока и получаемых «зеленых» деталей, геометрии, силы тяжести и трения между деталями и лотком для спекания. Типичная усадка ЛМД находится в диапазоне 12-20% [37]. Следовательно, полость пресс-формы должна быть больших размеров, чтобы компенсировать усадку. После спекания плотность образца из ЛМД может достигать 99% от теоретической плотности. После печати последующие этапы дебиндинга и спекания (рис. 1.3д,е) могут несколько отличаться от процесса ЛМД из-за различий в составах связующих и фракции металлического порошка, размере металлического порошка и его распределении. Усадка спеченной металлической детали ЭМ обычно выше, чем у деталей ЛМД, поскольку исходный фидсток для ЭМ обычно имеет более высокое содержание связующего, чем ЛМД, чтобы фидсток ЭМ было пригодно для печати и легко обрабатывалось. Поэтому размеры САПР-модели должны быть тщательно компенсированы для получения требуемых размеров после спекания. Плотность спекания и механические свойства детали из металла ЭМ теоретически ниже, чем из ЛМД, из-за пустот между осажденными дорожками, образующихся во время печати [38]. Таким образом, стратегия печати, которая может привести не только к образованию таких пустот, но и к прогибу и неполному сварному шву в полимерных 3Д-деталях [39], должна быть тщательно проконтролирована для металлического ЭМ, прежде чем переходить к обжигу и спеканию.

1.3.1 Виды экструзионной печати

В металлическом ЭМ исходной фидсток, состоящий из металлического порошка и полимерных связующих, нагревается до тех пор, пока не размягчится и не сможет быть выдавлен через печатное сопло. Этот процесс ЭМ также позволяет изготавливать 3Д-детали из нескольких материалов, если

принтер имеет более одной печатающей головки или системы подачи. В зависимости от системы подачи принтера, процесс ЭМ с металлами можно разделить на три типа, как показано на рисунке 1.4: (а) шнековый, (б) плунжерный и (в) филаментный [40]. После печати отпечатанные детали необходимо подвергнуть дебиндингу и спеканию аналогично этапам обработки ЛМД.

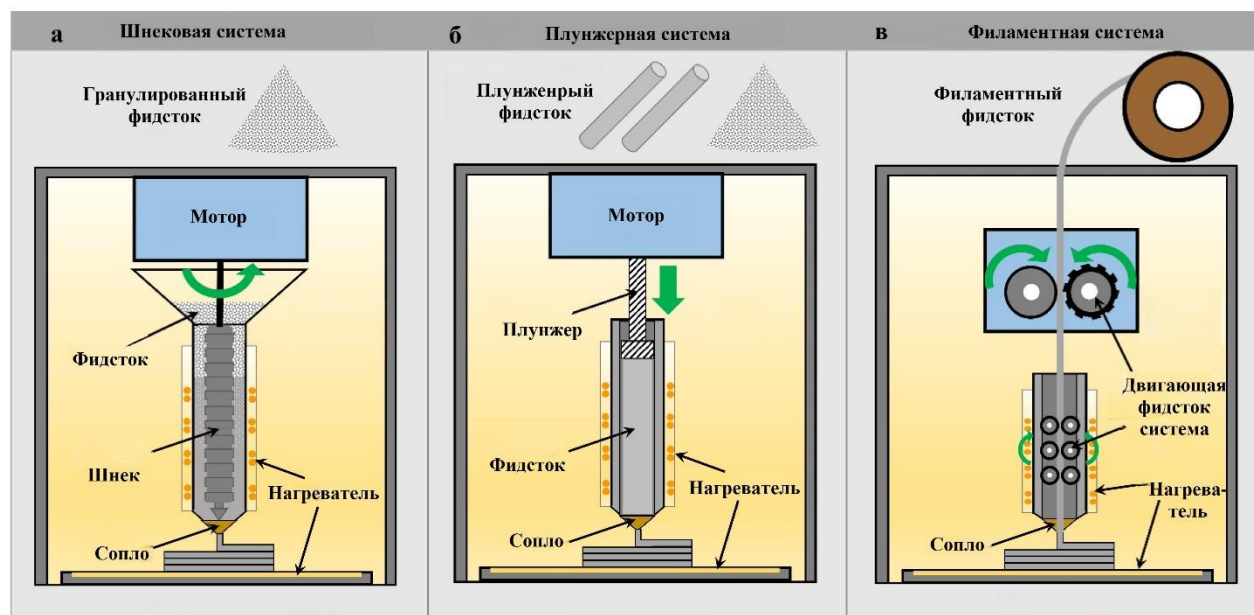


Рисунок 1.4 – Типы аддитивного производства материалов экструзией, классифицированные по системе подачи

1.3.1.1 ЭМ на основе шнековой системы

Высококачественные металлические филаменты и прутки все еще очень ограничены в выборе сплавов. Поэтому шнековый ЭМ в настоящее время является наиболее универсальной системой экструзии с точки зрения выбора материала. В шнековом ЭМ используется гранулированный фидсток в той же форме, что и в ЛМД. Фидсток поступает вращением шнека [40] и одновременно нагревается нагревательными элементами до температуры выше температуры стеклования полимерного связующего. Размягченный материал будет осаждаться через сопло по схеме, соответствующей САПР-проекту. Преимуществами данного типа по сравнению с двумя последними процессами - плунжерным и филаментным - являются высокая

производительность благодаря непрерывной системе заполнения и отсутствие необходимости в дополнительном этапе обработки для подготовки фидстока. Этот метод обеспечивает наилучшую систему заполнения, которая может непрерывно подавать фидсток без перерыва во время печати, поскольку фидсток в системе пополняется. Это приводит к сокращению времени печати, так как не требуется ни остановка печати во время пополнения, ни повторный нагрев до температуры печати. Также нет необходимости в дополнительном оборудовании для подготовки прутка или филамента, которое обычно является хрупким и сложным в обращении. Размер гранулированного фидстока необходимо контролировать (<5 мм), чтобы добиться стабильности во время печати и уменьшить дефекты печати, возникающие из-за захвата воздуха [41]. Слишком крупно гранулированный фидсток может быть неравномерно и неправильно размягчен в системе подачи. Слишком мелко гранулированный фидсток может привести к засорению бункера. Любые напечатанные мономатериальные «зеленые» детали с дефектами или ошибками могут быть легко использованы повторно путем дробления и просеивания перед подачей обратно в бункер принтера, аналогично повторному использованию инжектированных деталей ЛМД с дефектами [42]. Два других типа систем печати требуют дополнительного этапа подготовки прутка или филамента. Стабилизация шнековой системы все еще является сложной задачей для изготовления 3Д-детали, поскольку трудно контролировать скорость потока материала, чтобы она была постоянной из-за захваченного воздуха внутри размягченного материала. Более того, прочность и стабильность печатной системы должна быть высокой из-за высокой вязкости исходного фидстока. Следовательно, внедрение металлического ЭМ будет более простым, плавным, быстрым и экономичным для ЛМД.

1.3.1.2 ЭМ на основе плунжерной системы

В плунжерном ЭМ используется прутковый или гранулированный фидсток, который подается к соплу плунжерной системы. Прутковый

филамент может быть подготовлен путем экструзии смеси металлического порошка и полимерных связующих и нарезан по размеру. Кроме того, прерывание печати происходит, когда требуется пополнение филамента. Принтеры на основе плунжеров собственной разработки позволяют использовать сырье ЛМД. Это повышает гибкость в выборе материала. Кроме того, нет необходимости в дальнейшей подготовке сырья для получения филамента [42].

1.3.1.3 ЭМ на основе филамента

Филаментный тип является наиболее популярным и широко используемым процессом ЭМ по металлу. Вначале этот процесс обычно использовался для быстрого создания прототипов, однако в настоящее время он может применяться для изготовления оснастки и деталей для конечного пользователя [43]. Филамент ЭМ, состоящий из металлического порошка и полимерного связующего, подается системой транспортировки филамента к нагревательному элементу и нагретому соплу, чтобы размягчить и экструдировать на печатный стол слой за слоем в соответствии с дизайном САПР. Преимуществами этого процесса на основе филамента являются безопасность, простота и привычность процесса, а также дешевизна оборудования, поскольку с филаментом ЭМ используется обычный настольный полимерный 3Д-принтер. Высокая объемная доля металла в филаменте приводит к высокой скорости износа печатного сопла, поэтому для получения стабильного потока филамента, продления срока службы сопла [44] и уменьшения загрязнения необходимо использовать специальное сопло из рубина или закаленной стали. Основным недостатком этого процесса является необходимость производства филамента, для чего требуется одно/двухшнековое или плунжерное экструзионное оборудование [45]. Характеристики филамента очень важны для конечной формы, размера, габаритов и свойств как на стадии печати, так и на стадии спекания. Для обеспечения желаемых свойств филамента необходимо выбрать

соответствующие связующие вещества. Филамент должен обладать высокой прочностью и жесткостью, чтобы он мог приводиться в движение валиком или шестерней без разрывов и разбухания [46]. Высокая прочность сцепления металлического порошка и связующих веществ филамента может обеспечить прочную свариваемость между дорожками осадки. Кроме того, филамент должен обладать высокой прочностью на изгиб и жесткостью, чтобы его можно было легко наматывать и переносить [46]. Филамент не должен иметь пористости и равномерного распределения металлического порошка, включая как можно более высокую загрузку металлом/керамикой для минимизации усадки [47]. Вышеперечисленные факторы непосредственно влияют на процессы печати, дебиндинга и спекания, которые могут быть чреватые возникновением множества дефектов. Высокое качество спеченных деталей может быть достигнуто, если эти факторы и процессы правильно контролируются.

1.3.2 Печать

Процесс печати ЭМ позволяет изготовить отпечатанную или «зеленую» деталь после нарезки САПР-модели, создания траектории печати и оптимизации основных параметров печати.

Для получения качественных спеченных деталей, т.е. без дефектов и с максимальной относительной плотностью спекания, необходимо тщательно контролировать параметры печати [48]. Практически, параметры печати должны оптимизироваться в каждом конкретном случае в зависимости от системы принтера, исходного фидстока, а также формы и размера печатаемой детали. Хотя существует несколько регулируемых параметров печати, некоторые из них являются более критичными в определении конечных свойств «зеленой» детали и как таковые обычно изучаются, например, температура печати и/или печатного слоя, количество периметров, рисунок и плотность заполнения, скорость печати периметра и/или заполнения, множитель скорости потока и толщина слоя. Природа связующего,

металлического порошка, твердая загрузка и скорость печати определяют температуру печати, которая находится в диапазоне от 80 до 260 °С, аналогично температуре литья под давлением для ЛМД. Как и в случае с ЛМД, наиболее важным фактором, влияющим на формирование формы, является связующее.

1.3.4 Дебиндинг

Этап дебиндинга ЭМ довольно похож на ЛМД, поскольку связующие вещества одинаковые или иногда могут немного отличаться. Этот процесс направлен на удаление полимерного связующего после печати для создания "коричневой" детали, которая представляет собой скелет из металлических порошков, готовых к спеканию. Дебиндинг растворителем или водой может занять 15 часов и более в зависимости от толщины деталей [49].

1.3.5 Спекание

Процесс спекания – это термическая обработка для скрепления металлического/керамического порошка таким образом, чтобы получить плотные детали [50]. На этом этапе происходит усадка в диапазоне от 12% до 20%, в зависимости от материала, типа порошка, размера, распределения, загрузки твердого вещества, температуры спекания, времени спекания и качества печати [51].

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

2.1 Материалы

В качестве основного материала для создания поддержек используется порошок оксида алюминия двух фракций микро (10 - 50 мкм) и нано (<100 нм). В роли полимерного связующего (ПМ-связующее) выступало связующее МС2163. Это связующее с закрытым составом, которое позволяет производить печать деталей при небольшом массовом содержании в составе фидстока.

2.2 Создания фидстока

Для создания фидстока используется порошок оксида алюминия микро/нано размерной фракции в массовых соотношения 25/75, 50/50 и 75/25. Порошок смешивается с фидстоком в объемном соотношении 60/40 соответственно. Для взвешивания используются технические весы FC-500i (AND, Япония), точность весов составляет 0,05 грамма. Для смешивания, был использован смеситель «Вибротехник» (Турбула, Россия). Время смешивания составляет в среднем 15-30 минут в зависимости от количества порошка.

Для полного смешивания, чтобы ПМ-связующее полностью покрыло каждую частицу порошка используется шнековый экструдер. Полное покрытие ПМ-связующим достигнуто благодаря высокой температуре экструзии, около 160°C. Для полного покрытия порошка, этот процесс производится 4-5 раз, с уменьшением размера сопла с 5 до 0,4 мм. Полученный материал после экструзии, дробится в гранулы размером около 5 мм.

2.3 Создание модели САПР

Для создания модели используется система автоматического проектирования (САПР) «КОМПАС-3D». Данная САПР дает возможность быстрого моделирования необходимых деталей, а также предоставляет возможность настраивать параметры детализации будущей детали и формат для программного обеспечения 3Д принтера.

2.4 Печать

Принтер Vizon 2 (3DiY, Россия) изначально был пригоден для печати из пластика, однако был доработан для печати фидстоком из металлических и керамических материалов с ПМ-связующим в составе (рисунок 2.1). Конструкция принтера позволяет печатать достаточно объемные детали и при этом обеспечивать высокую точность.

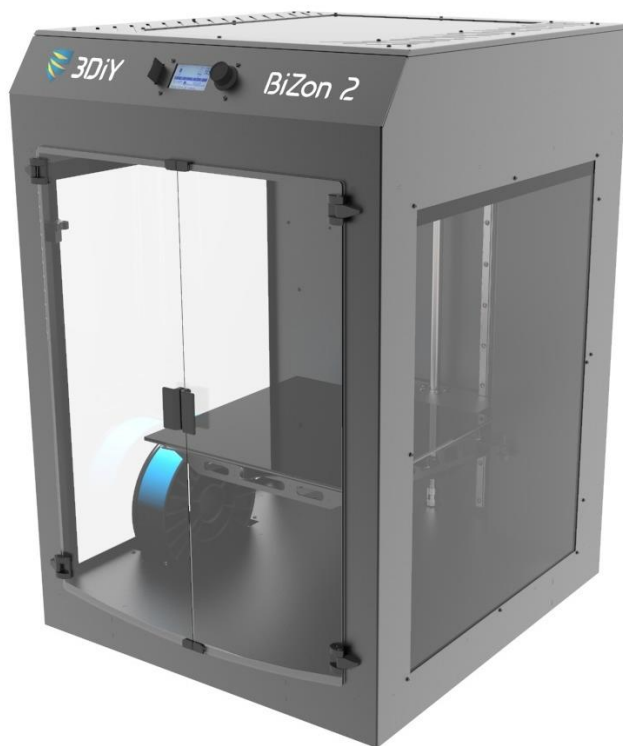
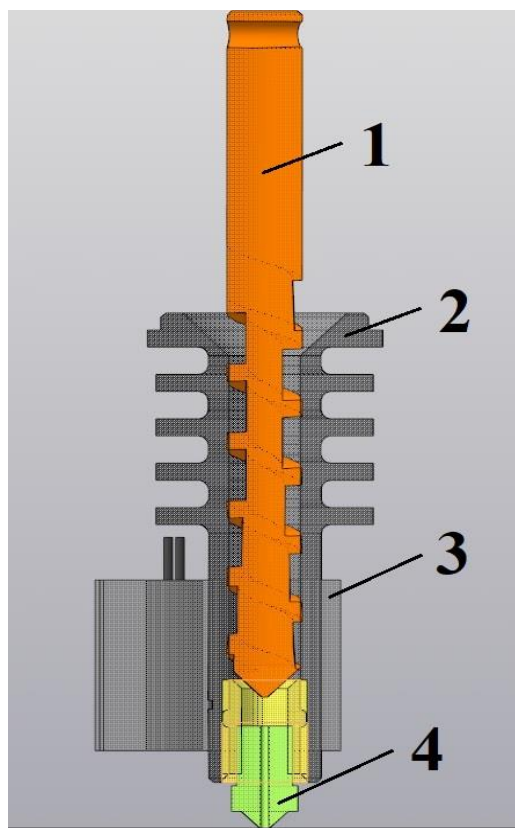


Рисунок 2.1 – Принтер «Vizon2»

Основная часть принтера – это шнековый экструдер, оборудование, которое применяется для размягчения фидстока и его формования путем продавливания через сопло с заданным диаметром (рисунок 2.2).

- 1) Шнек вращается и проталкивает фидсток через сопло.
- 2) Экструдер служит корпусом, в верхнюю часть подается фидсток, откуда его забирает шнек.
- 3) Нагревательный элемент, необходим для того, чтобы ПМ-связующее стало мягким и фидстоком можно было печатать.
- 4) Сопло, имеет диаметр 0,4-1,5 мм, формирует стренгу и им определяется детализация будущей детали.



1 – Шнек; 2 – Корпус экструдера; 3 – Нагреватель; 4 – Сопло

Рисунок 2.2 – Схематичное изображение шнекового экструдера

2.5 Дебиндинг и спекание

После печати получается «зеленую» деталь, которая состоит из оксида алюминия и ПМ-связующего. Для того, чтобы спечь деталь, необходимо произвести процесс дебиндинга. Дебиндинг процесс при котором с детали удаляется ПМ-связующее.

Дебиндинг бывает двух видов – растворный (полимер удаляют с применением растворителя), либо каталитический (полимер удаляется при высокотемпературном спекании, зачастую в восстановительной среде). Основным недостатком каталитического дебиндинга является длительность процесса – детали находятся в печи при высокой температуре (400 – 600 °С) в течение нескольких суток. В рамках данной работы был выбран растворный дебиндинг, детали отпускались в ацетон на сутки, после ацетон сливался, и детали просушивались при комнатной температуре еще сутки.

После дебиндинга получается “коричневая” деталь, которую можно спекать. До спекания деталь достаточно хрупкая и ее можно деформировать или разрушить даже небольшим усилием, однако после спекания образцы приобретают конечные свойства и становятся крайне устойчивыми к внешним деформациям.

Полученные образцы спекали при температуре 1300-1600°C с шагом 100°C в шахтной электропечи сопротивления ТК-27 1700Sh3F (Термокерамика, Россия).

2.6 Подготовка образцов

Детали были подготовлены к исследованиям путем шлифовки с использованием наждачной бумаги различной зернистости (P120, P400, P600, P1000). Этот процесс осуществлялся с помощью шлифовальной машины Saphir 320 АТА (Германия). Получили образцы имеют цилиндрическую форму диаметром 10 мм и толщиной 3 мм, и балки длиной 22 мм, толщиной 2 мм и шириной 4 мм.

2.7 Испытания на трехточечный изгиб

Этот метод используется для определения свойств на изгиб неармированных и армированных пластиков, включая высокомодульные композиты и электроизоляционные материалы, с использованием трехточечной системы нагружения для приложения нагрузки к свободно опертому образцу. Этот метод обычно применим как к жестким, так и к полужестким материалам, но прочность на изгиб не может быть определена для тех материалов, которые не ломаются и не деформируются на внешней поверхности испытываемого образца в пределах предела деформации 5,0 %.

В испытании на трехточечный изгиб использовалась установка Gotech AI-7000M (рисунок 2.3).



Рисунок 2.3 – установка Gotech AI-7000M

Для испытания были напечатаны образцы размером 2 мм x 4 мм x 18 мм. Программное обеспечение для сбора данных Gotech использовалось для включения минимальной нагрузки (0,1 Н) на образец и начала сбора данных. Частота сбора данных составляла 124 Гц. Скорость нагружения была установлена 0,5 мм/мин в соответствии со стандартом ASTM (D790). Расстояние между пролетами было равно 16 мм. Расчеты по вычислению напряжения показаны в формуле 1.

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (1)$$

Где: σ – напряжение, МПа; P – нагрузка на образец, кг·Н; L – расстояние между пролетами, мм; b – ширина образца, мм; d – высота образца, мм.

2.8 Плотность и пористость методом гидростатического взвешивания

Пористость и плотность керамических изделий - показатель, позволяющий установить степень завершенности процесса спекания керамических тел.

Когда масса тела известна, определение средней плотности сводится к измерению его объема, в том числе объем всех его пор. Для определения объема широко используется гидростатическое взвешивание образца, предварительно насыщенного жидкостью, не взаимодействующей с исследуемым материалом. Метод насыщения и последующего гидростатического взвешивания дает возможность одновременно определить среднюю плотность и открытую пористость.

Образцы для испытаний взвешивались на воздухе, затем насыщались керосином под вакуумом. После насыщения образцы взвешивались, чтобы получить массу насыщенных жидкостью образцов. Затем образцы взвешивали в жидкости, в которой они были насыщены, получая массу образца без пор.

Взвешивание образцов производится на аналитических весах с погрешностью $\pm 0,0001$ г, для вакуумирования используется форвакуумный насос.

Для расчетов средней плотности использовалась формула 2:

$$\rho_{\text{ср}} = \frac{m_0 \cdot \rho_{\text{ж}}}{m_1 - m_2} \quad (2)$$

Где: m_0 – масса сухого образца, г; m_1, m_2 – масса образца, насыщенного керосином при взвешивании соответственно на воздухе и керосине, г; $\rho_{\text{ж}}$ – плотность керосина, г/см³.

Для расчетов открытой пористости используется формула 3:

$$P_0 = \frac{m_1 - m_0}{m_1 - m_2} \quad (3)$$

2.9 Газопроницаемость

Испытания на водородную проницаемость проводились с использованием автоматизированного комплекса управления газовыми процессами (GRAM, ТПУ, Томск), оснащенной газопроницаемой камерой. Для проведения испытания на водородную проницаемость образцы помещались в камеру с резиновой уплотнительной прокладкой. Площадь активной поверхности образцов составляла $1,9 \times 10^{-5}$ м². Камера была

вакуумирована до остаточного давления 1×10^{-3} Па с обеих сторон образца. Испытания проводились при комнатной температуре 25°C . Со стороны подачи газа давление водорода устанавливалось до 0,9 МПа. Падение давления газа измерялось на предварительно откалиброванном объеме подачи газа. Схема установки показана на рисунке 2.4.

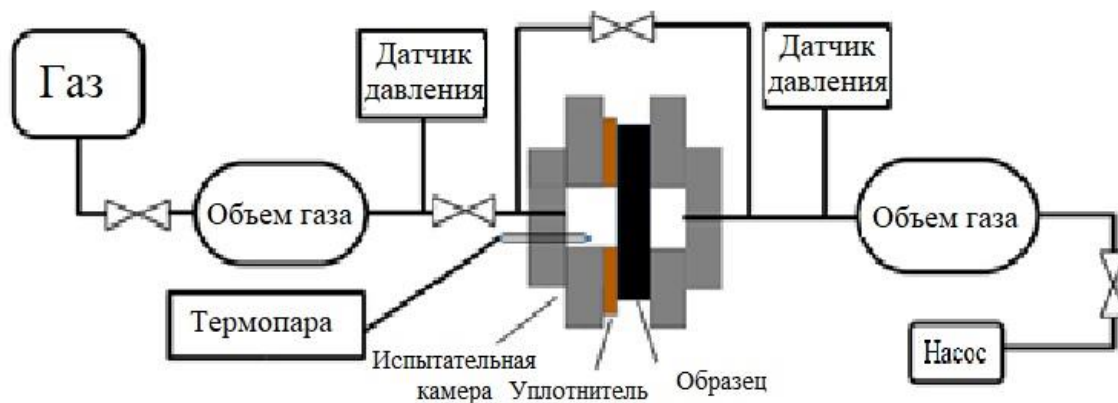


Рисунок 2.4 – Принцип работы GRAM

Основными характеристиками поддержек и мембран являются газовый поток и проницаемость. Поток (Φ) – это общий перенос вещества через мембрану и может быть выражен как масса или молярная концентрация в единицу времени на единицу площади. Проницаемость (J) определяется как поток на единицу разницы давления между входной и выходной стороной мембраны.

$$j = \Phi \times \frac{d}{\Delta P} \quad (4)$$

где: Φ – расход газа, моль/($\text{m}^2 \cdot \text{c}$); J – газопроницаемость, моль/($\text{m} \cdot \text{c} \cdot \text{Па}$); d – толщина образца, м; ΔP – перепад давления на входе и выходе образца, Па.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ11	Дюсамбаеву Адилжану Канагатовичу

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	ОЭФ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 «Физика»

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Затраты на сырьё, материалы, комплектующие изделия, специальное оборудование, основную и дополнительную заработную платы исполнителей, отчисления на социальные нужды, накладные расходы
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	В соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов» и ГОСТ Р 51541-99 «Энергосбережение. Энергетическая эффективность»
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	1. Налоговый кодекс Российской Федерации 2. ФЗ №212 от 24.07.2009 в ред. от 19.12.2016

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала и инновационного потенциала НИИ	Определение потенциальных потребителей результатов исследования, анализ конкурентных технических решений.
2. Разработка устава научно-технического проекта	Планирование этапов разработки программы, определение трудоемкости.
3. Планирование процесса управления НИИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	Сравнительный анализ интегральных показателей эффективности, формирование бюджета НИИ
4. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	Расчет уравнений эффективности НИИ. Расчет уравнений сравнительной эффективности НИИ.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

<ol style="list-style-type: none"> 1. «Портрет» потребителя результатов НИИ 2. Сегментирование рынка 3. Оценка конкурентоспособности технических решений 4. Матрица SWOT 5. График проведения и бюджет НИИ 6. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИИ
--

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

Задание выдал консультант:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович		

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

Целью данного раздела является оценка коммерческого и инновационного потенциала научно-исследовательской работы, направленной на получение мембран оксида алюминия методом экструзии для фильтрации водорода. В связи с этим, были определены ресурсная, финансовая и экономическая эффективность.

Этапы решения задачи:

- провести анализ конкурентных технических решений;
- провести SWOT – анализ;
- предоставить организацию и планирование работ;
- построить график Ганта;
- провести расчёт материальных затрат, заработных плат, отчисления во внебюджетные фонды, затраты на электроэнергию и амортизационных расходов;
- провести анализ сравнительной эффективности работы.

Научно-исследовательская работа посвящена получению керамической мембраны из оксида алюминия с использованием аддитивных технологий, а именно методом экструзии. Использование мембран позволит использовать газы выделяемые во время промышленного производства, для получения чистого водорода. Так же использование аддитивных технологий позволяет ускорить получение мембран различных форм.

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Потенциальными потребителями результатов исследований являются исследовательские лаборатории в сфере водородной энергетики, машиностроения и ядерной энергетики. В каждой сфере необходимо использовать чистый водород для проведения исследований. Это означает, что

потребители – крупные коммерческие и некоммерческие организации отраслевой принадлежности.

Для определения группы потребителей, которых может заинтересовать результаты данных научных исследований, необходимо провести сегментирование рынка.

Так как использование методов экструзии для создание керамических мембран недостаточно развито, результаты будут представлять интерес для большинства организаций.

Карта сегментирования рынка по модификации поверхностей представлена в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Карта сегментирования рынка по области применение разработки

Область рынка сбыта	Доля рынка, %
Водородная энергетика	50
Машиностроение	30
Ядерная энергетика	20

Исходя из карты сегментирования рынка услуг по получению чистого водорода, учитывая низкую конкуренцию, можно занять сегмент фильтрации водорода в сфере водородной энергетики, машиностроении и ядерной энергетики. Применение результатов данного научного исследования позволит занять лидирующее положение в этом сегменте рынка.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

В отличие от других методов печать методом экструзии позволяет получать детали абсолютно разной формы, а также не требует высоки затрат по времени подготовки фидстока. Для изготовления фидстока необходимо ПМ-связующее и целевой материал, при нахождении необходимого соотношения между ними, мы можем начать печать детали, форма которой предварительно изготавливается в редакторе.

Метод экструзии позволяет менять физические характеристики детали непосредственно в момент печати детали благодаря широким настройкам и параметрам печати. Мы можем регулировать плотность, пористость и форму конечной детали.

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки. Для этого была составлена оценочная карта, таблица 4.2.

Б_ф – печать мембран из оксида алюминия методом экструзии. Б_{к1} – литье под давлением.

Таблица 4.2 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (исследований)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _Ф	Б _{К1}	К _{КФ}	К _{К1}
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Повышение производительности труда пользователя	0.1	4	4	0.4	0.4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0.05	4	3	0.2	0.15
3. Помехоустойчивость	0.05	4	2	0.2	0.1
4. Энергоэкономичность	0.05	4	4	0.2	0.2
5. Надежность	0.1	4	3	0.4	0.3
6. Уровень шума	0.05	3	3	0.15	0.15
7. Безопасность	0.01	5	5	0.05	0.05
8. Потребность в ресурсах памяти	0.1	4	4	0.4	0.4
9. Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	0.1	5	3	0.5	0.3
10. Простота эксплуатации	0.05	4	4	0.2	0.2
11. Качество интеллектуального интерфейса	0.05	4	4	0.2	0.2
12. Возможность подключения в сеть ЭВМ	0.01	5	5	0.05	0.05
Экономические критерии оценки эффективности					
1. Конкурентоспособность продукта	0.05	4	3	0.2	0.15
2. Уровень проникновения на рынок	0.02	5	5	0.1	0.1
3. Цена	0.03	4	4	0.12	0.12
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0.03	4	4	0.12	0.12
5. Послепродажное обслуживание	0.01	4	4	0.04	0.04
6. Финансирование научной разработки	0.08	4	5	0.32	0.4
7. Срок выхода на рынок	0.05	4	4	0.2	0.2
8. Наличие сертификации разработки	0.01	4	4	0.04	0.04
Итого	1	83	77	4.09	3.67

Исходя из таблицы 4.2, конкурентоспособность разработки научного исследования метода экструзии мембран из оксида алюминия (Б_Ф) составила 4.09, против 3.67 метода литья под давлением (Б_{К1}). Полученные данные

свидетельствуют о превосходстве научно-технической разработки (Бф) по критериям: удобство в эксплуатации, помехоустойчивость, надёжность, функциональная мощность и конкурентоспособность продукта. Применение метода экструзии мембран (Бф) позволяет добиться более широких свойств конечного продукта, в отличие от конкурирующего метода литья под давлением (Бк1). Данный метод (Бф) имеет более широкую область применения в промышленности.

4.1.3 SWOT – анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. Цель SWOT-анализа раскрыть сильные и слабые стороны, выявить риски, определить возможности для улучшения.

Результаты SWOT анализа представлены в таблице 4.3

Таблица 4.3 – SWOT анализ

	Сильные стороны:	Слабые стороны:
	С1. Широкий спектр используемых материалов;	Сл1. Высокая стоимость оборудования установки;
	С2. Значительное повышение структурно-механических свойств материалов;	Сл2. Отсутствие современных отечественных принтеров;
	С3. Длительный срок эксплуатации изготовленных деталей;	Сл3. Необходимость квалифицированных специалистов для обслуживания оборудования;
	С4. Высокая точность печати;	Сл4. Продолжительная настройка параметров при смене фидстока;
	С5. Относительная дешевизна процесса изготовления фидстока.	Сл5. Постепенное устаревание программного обеспечения и необходимость своевременного обновления.

Продолжение таблицы 4.3

Возможности:			
V1. Государственная поддержка проектов по модернизации объектов промышленности;	Привлечение государственных и частных средств на модернизацию оборудования. Большая вариативность параметров печати. Повышение конкурентоспособности на рынке. Высокая детализация печати деталей.	Применение материалов отечественных производителей. Государственное субсидирование. Обучение специалистов для обслуживания принтера. Унификация и стандартизация проектов для упрощения обновления оборудования.	
V2. Использование расходных материалов отечественного производителя;			
V3. Снижение стоимости исследований за счет использования метода экструзии;			
V4. Получить государственный заказ на изготовления образцов			
Угрозы:			
U1. Рост стоимости импортных комплектующих;	Использование отечественного оборудования для эксплуатации установки. Появление конкурентных технических решений для снижения стоимости и повышению качественных показателей. Внедрение численного моделирования для поиска оптимальных параметров печати. Использование особенностей метода экструзии для получения деталей с высоким качеством детализации.	Модернизация с использованием отечественного оборудования сократит конечную стоимость услуги. Повышение квалификации специалистов. Использование результатов научного исследования для повышения конкурентоспособности на рынке. Заключение договоров на оказание услуг в сфере водородной энергетики, машиностроения и/или ядерной энергетики	
U2. Появление новых конкурентных технических решений;			
U3. Низкий спрос на рынке, обусловленный экономической ситуацией;			
U4. Коммерческая неудача вследствие малого спроса			

Таблица 4.4 – Интерактивная матрица проекта

		Сильные стороны проекта					Слабые стороны проекта				
		C1	C2	C3	C4	C5	Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
Возможности проекта	V1	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	V2	+	0	0	+	+	+	+	-	-	-
	V3	+	+	+	+	+	-	-	-	+	-
	V4	+	+	+	+	+	+	-	+	0	-
Угрозы проекта	U1	+	+	+	+	-	-	-	+	+	+
	U2	+	+	+	+	+	-	0	-	-	-
	U3	+	+	+	0	+	-	0	-	-	-
	U4	+	+	+	+	+	+	0	-	-	+

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

Приведённый анализ показал, что технология, находясь на этапе разработки, имеет хорошие шансы на коммерциализацию, с учетом проявляемого интереса партнеров и удачных исследований. При этом если переход разработки в стадию коммерциализации затянется, то возможна потеря спроса на готовую технологию.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

В данном разделе отражено распределение времени и трудового вклада участников исследовательской работы. Перечень этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Перечень этапов работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Руководитель, инженер
	3	Проведение патентных исследований	Руководитель, инженер
	4	Выбор направления исследований	Руководитель, инженер
	5	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	6	Проведение теоретических расчетов	Руководитель, инженер
	7	Составление порядка эксперимента, выбор режимов печати	Руководитель, инженер, сотрудник-техник
	8	Изготовление исследуемых образцов	Инженер
	9	Проведение экспериментов	Руководитель, инженер, сотрудник-техник

Продолжение таблицы 4.5

Теоретические и экспериментальные исследования	10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель, инженер
Обобщение и оценка результатов	11	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер
	12	Определение целесообразности проведения ОКР	Руководитель, инженер

Данная таблица отображает вклад каждого участника исследовательской работы. Наибольшая часть работы приходится на инженера (магистранта).

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Определяющим фактором выражения основной части стоимости научно-технической разработки являются заработные платы лиц, задействованных в реализации проекта. В связи с этим, наиболее важным моментом является максимально точное определение трудоемкости работ каждого из участников проекта.

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день. Для расчёта предлагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу

$$t_{ож} = \frac{3t_{min} + 2t_{max}}{5}, \quad (4.1)$$

где $t_{ож}$ – ожидаемая трудоёмкость выполнения работы, чел.дн.; t_{min} – минимально возможная трудоёмкость выполнения работы, чел.дн.; t_{max} – максимально возможная трудоёмкость выполнения работы, чел.-дн.

Оценка трудоёмкости выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 43 + 2 \cdot 91}{5} = 62.2 \text{ чел. - дн.}$$

Трудоёмкость выполнения научного исследования для сотрудника – техника:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 6 + 2 \cdot 18}{5} = 10.8 \text{ чел.} - \text{дн.}$$

Трудоёмкость выполнения научного исследования для инженера:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 54 + 2 \cdot 117}{5} = 79.2 \text{ чел.} - \text{дн.}$$

Далее определим продолжительность каждого этапа работы в рабочих днях $T_{рд}$:

$$T_{рд} = \frac{t_{ож_i}}{K_{вн}} \cdot K_{д} \quad (4.2)$$

где $T_{рд}$ – продолжительность одного этапа работы, раб.дн.; $K_{вн}$ – коэффициент выполнения работ, учитывающий влияние внешних факторов на соблюдение определенных длительностей, $K_{вн}=1$; $K_{д}$ – коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию непредвиденных задержек и согласование работ, $K_{д} = 1$.

Произведем длительно работ в рабочих днях.

Расчёт продолжительности работы выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$T_{рд} = \frac{t_{ож}}{K_{вн}} \cdot K_{д} = \frac{62.2 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 62.2 \text{ раб.дни}$$

Продолжительность работы выполнения научного исследования для сотрудника-техника:

$$T_{рд} = \frac{10.8 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 10.8 \text{ раб.дни}$$

Продолжительность работы выполнения научного исследования для инженера:

$$T_{рд} = \frac{79.2 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 79.2 \text{ раб.дни}$$

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

Ленточный график проведения научных работ изображается в форме диаграммы Ганта. Для построения диаграммы необходимо перевести рабочие дни в календарные дни, для чего воспользуемся следующим соотношением:

$$T_{\text{кд}} = T_{\text{рд}} \cdot T_{\text{к}}, \quad (4.3)$$

где $T_{\text{кд}}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях; $T_{\text{к}}$ – коэффициент календарности, определяющийся выражением 4.4.

$$T_{\text{к}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вд}} - T_{\text{пд}}}, \quad (4.4)$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году; $T_{\text{вд}}$ – количество выходных дней в году; $T_{\text{пд}}$ – количество праздничных дней.

Рассчитаем коэффициент календарности для шестидневной рабочей недели по формуле 4.4:

$$T_{\text{к}} = \frac{365}{365 - 54} = 1.17$$

Построим таблицу по результатам расчётов, в которой укажем трудоёмкости работ, название работы, а также укажем длительность работ в рабочих и календарных днях, таблица 4.6.

Таблица 4.6 - Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ									Длит. работ в раб. дни Т _{рд}			Длит. работ в кален. дни Т _{кд}		
	t _{min} , чел.-дн			t _{max} , чел.-дн			t _{ож} , чел.-дн			НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН
	НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН						
Составление и утверждение технического задания	2	-	-	4	-	-	2.8	-	-	2.8	-	-	3.3	-	-
Подбор и изучение материалов по теме	10	-	10	21	-	30	14.4	-	18	14.4	-	18	16.8	-	21.1
Проведение патентных исследований	5	-	7	8	-	15	6.2	-	10.2	6.2	-	10.2	7.3	-	12.0
Выбор направления исследований	3	-	5	4	-	7	3.4	-	5.8	3.4	-	5.8	4.0	-	6.8
Календарное планирование работ по теме	2	-	3	3	-	4	2.4	-	3.4	2.4	-	3.4	2.8	-	4.0
Проведение теоретических расчетов и обоснований	4	-	7	6	-	10	4.8	-	8.2	4.8	-	8.2	5.6	-	9.6
Составление порядка эксперимента, выбор технических режимов	1	1	2	3	3	4	1.8	1.8	2.8	1.8	1.8	2.8	2.1	1.8	3.3
Изготовление исследуемых образцов	-	-	2	-	-	3	-	-	2.4	-	-	2.4	-	-	2.8
Проведение экспериментов	5	5	5	15	15	15	9	9	9	9	9	9	10.5	9	10.5
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	5	-	7	10	-	12	7	-	9	7	-	9	8.2	-	10.5
Оценка эффективности полученных результатов	3	-	3	10	-	10	5.8	-	5.8	5.8	-	5.8	6.7	-	6.7
Определение целесообразности проведения ОКР	3	-	3	7	-	7	4.6	-	4.6	4.6	-	4.6	5.4	-	5.3
Итого	43	6	54	91	18	117	62.2	10.8	79.2	62.2	10.8	79.2	72.8	10.8	92.7

На основе таблицы 4.6, построен календарный план-график исполнения работ в рамках научно-исследовательского проекта, с разбивкой по месяцам и декадам. График строится для максимального по длительности исполнения работ. Отмечены области в зависимости от исполнителей, ответственных за конкретную работу, таблица 4.7.

Таблица 4.7 – Календарный план-график (график Ганта) проведения НИОКР

№ работ	Вид работ	Исполнители	Т _{кi} , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ														
				январь	февраль			март			апрель			май			июнь	
				3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель темы	4															
2	Подбор и изучение материалов по теме	Руководитель	21															
		Инженер	30															
3	Проведение патентных исследований	Руководитель	8															
		Инженер	15															
4	Выбор направления исследований	Руководитель	4															
		Инженер	7															
5	Календарное планирование работ по теме	Руководитель	3															
		Инженер	4															
6	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Руководитель	6															
		Инженер	10															
7	Составление порядка эксперимента, выбор технических режимов	Руководитель	3															
		Инженер	4															
		Сотрудник-техник	3															
8	Изготовление исследуемых образцов	Инженер	3															

Продолжение таблицы 4.7

№ работ	Вид работ	Исполнители	Т _{кi} , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ																				
				январь	февраль			март			апрель			май			июнь							
				3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2						
9	Проведение экспериментов	Руководитель	15																					
		Инженер	15																					
		Сотрудник-техник	15																					
10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель	10																					
		Инженер	12																					
11	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель	10																					
		Инженер	10																					
12	Определение целесообразности проведения ОКР	Руководитель	7																					
		Инженер	7																					

где красным цветом обозначен руководитель темы, зеленым инженер (магистрант), желтым сотрудник-техник.

Были определены длительности и обозначены сроки выполнения всех запланированных видов работ. Был построен график Ганта, наглядно иллюстрирующий этапы выполнения проекта участниками.

4.3 Бюджет научно-технического исследования

4.3.1. Расчёт материальных затрат исследования

Расчёт материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта, таблица 4.8.

Таблица 4.8 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена за ед., руб.	Сумма, руб.
Порошок оксида алюминия	шт	2	8000	16000
Сопло из нержавеющей стали	шт	10	700	7000
Сопло из стали	шт	10	110	1100
Диск для нарезки образцов	шт	1	1650	1650
Халат	шт	1	1570	1570
Бумага наждачная, зернистость – 800	шт	4	52	208
Бумага наждачная, зернистость - 1500	шт	4	30	120
Бумага наждачная, зернистость – 2000	шт	4	115	460
Бумага наждачная, зернистость – 4000	шт	4	170	680
Итого				28788

По полученным данным, наибольшие расходы приходятся на расходные материалы.

4.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

Используемые при выполнении ВКР: научно-исследовательская вакуумная установка, персональный компьютер, принтер Vizon2, отрезной станок Brilliant 201, шлифовальная машина Saphir 320, растровый электронный микроскоп Hitachi S-3400 N и профилометр STIL 3D Micromesure – в материальных затратах не учитывались, так как имелись в оснащении лаборатории. В связи, с чем рассчитаем их амортизационные отчисления.

Проведем расчет амортизации использованного оборудования на примере осциллографа Vizon2. Первоначальная стоимость 160000 рублей; срок полезного использования для принтера, согласно общероссийскому классификатору основных фондов, составляет 3-5 лет, код 143312467; Время работы на всём оборудовании не превышало одного месяца за все время исследования. Тогда:

- норма амортизации:

$$H_a = \frac{1}{n} \cdot 100\% = \frac{1}{5} \cdot 100\% = 20\%, \quad (4.5)$$

где H_a – норма амортизации в процентах; n – срок полезного использования в годах.

- годовые амортизационные отчисления:

$$A_r = 160000 \cdot 0.2 = 32000 \text{ рублей}$$

- ежемесячные амортизационные отчисления:

$$A_M = \frac{32000}{12} = 2667 \text{ рублей}$$

- итоговая сумма амортизации основных средств:

$$A = 2667 \cdot 1 = 2667 \text{ рублей}$$

Также произведем расчет для остального оборудования и занесем полученные данные в таблицу 4.9.

Таблица 4.9 – Расчеты амортизационных отчислений

Наименование	Первонач. Цена, руб.	Норма амортиз., %	Годовые амортиз. отчисл., руб.	Ежемесяч. амортиз. отчисл., руб.	Затраты, руб.
Принтер Vizon2	160000	20	32000	2667	2667
Вакуумная установка	7000000	14.3	1001000	83417	83417
Отрезной станок Brilliant 201	260000	10	26000	2167	2167
Шлифовальная машина Saphir 320	300000	10	30000	2500	2500
РЭМ Hitachi S-3400 N	1500000	14.3	214500	17875	17875
Профилометр	1350000	14.3	193050	16088	16088

4.3.3. Основная заработная плата исполнителей исследования

Для вычисления основной заработной платы необходимо учесть научных и инженерно-технических работников, участвующих в выполнении выпускной квалификационной работы (включая премии и доплаты)

Основная заработная плата работников вычисляется по формуле:

$$Z_{\text{зп}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}} \quad (4.6)$$

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

Основная заработная плата руководителя:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{р}} \quad (4.7)$$

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

Среднедневная заработная плата рассчитывалась по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} \quad (4.8)$$

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

В таблице 4.10 представлен годовой баланс рабочего времени для 6-дневной рабочей недели.

Таблица 4.10 – Баланс рабочего времени (для 6-дневной недели)

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер	Техник
Календарное число дней	365	365	365
Количество нерабочих дней			
- выходные дни	67	67	67
- праздничные дни	14	14	14
Потери рабочего времени			
- отпуск	56	28	28
- невыходы по болезни	1	1	1
Действительный годовой фонд рабочего времени	227	255	255

Месячный должностной оклад работника рассчитывается по формуле:

$$Z_M = Z_{TC} \cdot k_p, \quad (9)$$

где Z_{TC} – заработная плата по тарифной ставке, руб.; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для г. Томска). Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Расчёт основной заработной платы

Исполнитель	Z_{TC} , руб.	Z_M , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	26500	34450	1419.45	62.2	88289.79
Сотрудник-техник	16500	21450	883.81	10.8	9545.15
Инженер	16500	21450	883.81	79.2	69997.75
Итого					167 832.69

В таблице 4.11 представлены данные по затратам на заработную плату сотрудников за весь период ВКР.

4.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} \quad (4.9)$$

где, $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0.12-0.15).

Дополнительная заработная плата руководителя:

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 88289.79 = 11477.67 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата сотрудника-техника:

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 9545.15 = 1240.87 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата инженера (магистранта):

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 69997.75 = 9099.7 \text{ руб.}$$

Суммарная дополнительная заработная плата равна 21818.24 рублей.

4.3.5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

В данной статье расходов 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.

Ставка отчислений во внебюджетные фонды для учреждений, осуществляющих научную и образовательную деятельность, на 2023 год составляет 30% (ПФ – 22%, ФФОМС – 5.1%, ФСС – 2.9%)

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$Z_{внеб.} = k_{внеб.} \cdot (Z_{осн.} + Z_{доп.}) \quad (10)$$

где: $k_{внеб.}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды.

Расчет отчислений во внебюджетные фонды:

$$Z_{внеб.} = (167\,832.69 + 21\,818.24) \cdot 0.3 \approx 56\,895.28 \text{руб.}$$

4.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки

При проведении научно-исследовательской работы в научных и производственных командировках не было необходимости.

4.3.7. Накладные расходы (расчёт затрат на электроэнергию)

Потребляемая мощность анализатора составляет 7 кВт/час. Длительность еженедельной работы на комплексной технологической установке составляет 2 часа. Стоимость электроэнергии в Томске составляет 5.748 рубля за 1 кВт/час. Стоимость электропотребления за 5 месяцев рассчитывается по формуле:

$$C_{эл.об.} = P_{об.} \cdot Ц_{э} \cdot t_{об.}, \quad (4.11)$$

где $P_{об.}$ – мощность, потребляемая оборудованием, кВт; $Ц_{э}$ – тариф на 1 кВт·час; $t_{об.}$ – время работы оборудования, час.

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 4.12.

Таблица 4.12 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Время работы оборудования	Потребляемая мощность $P_{об.}$, кВт	Затраты $C_{эл.об.}$, руб.
Персональный компьютер	646	0.3	1113.96

Комплексная технологическая установка	40	7	1609.44
Итого			2723.4

4.3.8. Формирование бюджета затрат

Расчет бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.	Удельный вес, %
Материальные затраты НИИ	28788.00	9,28
Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	124714.00	40,20
Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	167 832.69	54,10
Затраты на дополнительной заработной плате исполнителей темы	21818.24	7,03
Отчисления во внебюджетные Фонды	56 895.28	18,34
Затраты на научные и производственные командировки	-	-
Накладные расходы	2732.4	0,88
Итого: бюджет затрат НИИ	310236.5	100

4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

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

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

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по следующей формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (4.12)$$

где Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта; $I_{\text{финр}}$ – интегральный финансовый показатель разработки.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (4.13)$$

В таблице 4.14 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта. Данный проект сравнивается с методикой качественного анализа материалов, заложенной в программе как базовая.

Таблица 4.14 – Сравнительная оценка характеристик

Объект исследования	Весовой коэффициент параметра	Разработка	Базовая методика
Способствует росту производительности труда	0.25	5	5
Соответствует требованиям потребителей	0.15	4	4
Энергосбережение	0.2	4	3
Надежность	0.2	4	4
Материалоемкость	0.2	5	4
Итого I_{pi}		4.45	4.25

Характеристики имеют схожие критерии, так как методики реализованы для одного прибора. Каждая из представленных методик реализована для определённой задачи.

Пример расчёта интегрального показателя ресурсоэффективности:

$$I_p = \frac{I_{pp}}{I_{\text{финр}}^p} = \frac{0.25 \cdot 5 + 0.15 \cdot 4 + 0.2 \cdot 4 + 0.2 \cdot 4 + 0.2 \cdot 5}{1} = 4.45$$

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

$$I_{исп} = \frac{I_{Pi}}{I_{финр}}, \quad (4.14)$$

Сравнительная эффективность проекта определяется по следующей формуле:

$$\mathcal{E}_{CP} = \frac{I_{д.п.}}{I_{исп}}, \quad (4.15)$$

В таблице 4.15 представлена сравнительная эффективность данного проекта с базовой методикой качественного анализа материалов.

Таблица 4.15 – Сравнительная эффективность

Показатели	Разработка	Базовая методика
Интегральный финансовый показатель	1	1
Интегральный показатель ресурсоэффективности	4.45	4.25
Интегральный показатель эффективности	4.45	4.25
Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1.05	0.95

Как видно из таблицы 4.15, разработанная методика эффективнее базовой. Традиционная оценка экономической эффективности полученных результатов невозможны, т.к. они носят чисто научный характер.

Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

1. В ходе выполнения раздела «Финансовый менеджмент» был проведен анализ конкурентоспособности создания мембран из оксида алюминия методом экструзии, была подтверждена перспективность данного метода.

2. Проведённый SWOT-анализ проекта, раскрыл сильные и слабые стороны, выявил риски, а также определил возможности для улучшения.

3. Установлено, что в календарных днях длительность работ для научного руководителя составило 72.8 дней, для сотрудника-техника 10.8, а для инженера 92.7 дней.

4. На основе временных показателей по каждой из произведенных работ был построен календарный план-график Ганта, по которому можно увидеть, что самая продолжительная по времени работа – подбор и изучение материалов.

5. Бюджет затрат научно-технического исследования составил 310236.5 рублей. Наибольшая статья расходов приходится на амортизационные отчисления, в связи с большим количеством дорогостоящего специального оборудования (40.2%). На втором месте затраты на основную заработную плату (33.79%).

6. Определены показатели ресурсоэффективности, интегральный финансовый показатель, интегральный показатель эффективности и сравнительная эффективность вариантов исполнения, значения которых свидетельствуют о достаточно высокой эффективности реализации технического проекта.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа ОБМ11		ФИО Дюсамбаеву Адилжану Канагатовичу	
Школа	Инженерная школа ядерных технологий	Отделение (НОЦ)	ОЭФ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния

Тема ВКР:

Получение керамических поддержек на основе оксида алюминия методом экструзия	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
<p>Введение</p> <p>– Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика) и области его применения.</p> <p>– Описание рабочей зоны (рабочего места) при разработке проектного решения/при эксплуатации</p>	<p><i>Объект исследования:</i> керамические поддержки. <i>Область применения:</i> водородная энергетика. <i>Рабочая зона:</i> лаборатория <i>Размеры помещения:</i> 35 м². <i>Количество и наименование оборудования рабочей зоны:</i> персональный компьютер. <i>Рабочие процессы, связанные с объектом исследования, осуществляющиеся в рабочей зоне:</i> Создание фидстока из оксида алюминия, печать методом экструзии. Дебиндинг готовых деталей, и анализ полученных изделий.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности при эксплуатации</p> <p>– специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</p> <p>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</p>	<p>ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования. ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ. Оборудование производственное. Общие эргономические требования. ПНД Ф 12.13.1-03. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях. Федеральный закон N 426-ФЗ “О специальной оценке условий труда.” от 28 декабря 2013 г., с изменениями от 28 декабря 2022 года.</p>
<p>2. Производственная безопасность при эксплуатации</p> <p>– Анализ выявленных вредных и опасных производственных факторов</p> <p>– Расчет уровня опасного или вредного производственного фактора</p>	<p>Опасные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Опасность поражения электрическим током; 2. Производственные факторы, связанные с чрезмерно высокой температурой материальных объектов производственной среды, вызывающих риск получения ожогов; 3. Неподвижные режущие, колющие, обдирающие, разрывающие части твердых объектов <p>Вредные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Отклонение показателей микроклимата; 2. Отсутствие или недостаток необходимого естественного и искусственного освещения; 3. Повышенный уровень шума; <p>Требуемые средства коллективной и индивидуальной защиты от выявленных факторов: использование защитных костюмов, перчатки, виброизолирующая обувь, беруши, наушники.</p> <p>Расчет: расчет системы искусственного освещения</p>
<p>3. Экологическая безопасность при эксплуатации</p>	<p>Воздействие на селитебную зону:</p>

	<p>наличие промышленных отходов (вторцвет- и чермет, пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника)</p> <p>Воздействие на литосферу: в ходе создания фидстока в воздух могут попасть нано-частицы порошков керамик и металлов, что приводит к загрязнению литосферы</p> <p>Воздействие на гидросферу: наличие частиц металлов и абразива при использовании шлифовально-полировальной машины</p> <p>Воздействие на атмосферу: пары расплавленного полимера</p>
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях при эксплуатации	<p>Возможные ЧС: Природные катастрофы (ураган); Техногенные аварии (аварии на электро-, тепло-коммуникациях, водоканале, взрыв газовых баллонов);</p> <p>Наиболее типичная ЧС: пожар (неисправность в электрических сетях, нарушение технологического режима)</p>
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин Андрей Александрович	к. т. н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович		

5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

В рамках выполнения выпускной квалификационной работы проводилось создание фидстоков из оксида алюминия, моделирование деталей, подбор параметров печати и печать деталей. Моделирование деталей и подбор параметров печати проводилось в научной лаборатории перспективных материалов учебного корпуса № 3.

Работа подразумевает создание фидстоков, а также работу на принтере Vizon2 и растровом электронном микроскопе Hitachi S-3400 N.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

Трудовой кодекс РФ устанавливает права и обязанности работника и работодателя, правила нормирования и оплаты труда, трудоустройство, вопросы охраны труда. Обеспечение прав работников на охрану труда включает права и гарантии на обеспечение условий, соответствующих требованиям. В статье 219 трудового кодекса РФ детализированы права работников, согласно которым у каждого работника должно быть рабочее место, соответствующее правилам охраны труда. Государство гарантирует работникам защиту их права на труд в условиях, соответствующих требованиям охраны труда (ТК РФ Статья 220). Обеспечение работников средствами индивидуальной защиты, а также оснащения рабочих мест средствами коллективной защиты (ТК РФ Статья 221).

Согласно ГОСТ 12.2.032-78. «Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования» стол должен соответствовать современным требованиям эргономика и позволять расположить на рабочей поверхности все необходимое оборудование, в зависимости от характера выполняемой работы. Соответствие рабочего места требованиям ГОСТ 12.2.032-78 представлено в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Требования к организации рабочего места

Требование	Требуемое значение	Значение параметров в помещении
Высота рабочей поверхности стола	Регулируемая высота (680-800 мм) Нерегулируемая высота (более 725 мм)	Нерегулируемая высота 750 мм
Рабочий стул (кресло)	Подъемноповоротный, регулируемый по высоте и углу наклона спинки	Не соответствует
Расположение монитора от глаз пользователя	600-700 мм	Соответствует

Для выполнения всех требований нормативных актов по организации рабочего места лаборатории необходимо подать заявку на приобретения рабочего стула с функциями регулировки по высоте и углу наклона спинки для профилактики монотонии и переутомления.

5.2 Производственная безопасность

Анализ возможных вредных и опасных факторов при работе в научной лаборатории перспективных материалов представлен в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Возможные вредные и опасные факторы

Факторы		Нормативные документы
Опасные	Электробезопасность (Поражение электрическим током)	ГОСТ 12.1.009-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ) ГОСТ Р12.1.019-2017 ССБТ Электробезопасность ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов»
	Производственный травматизм	ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 №197-ФЗ (ред. от 27.12.2018)
Вредные	Отклонение показателей микроклимата	ГОСТ 30494-96. Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
	Недостаточная освещенность рабочей зоны	СНиП 23-05-95*. Естественное и искусственное освещение (с Изменением №1 СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.
	Повышенный уровень шума	ГОСТ 12.1.003-83. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности (с Изменением № 1)
	Пожарная опасность	СП 12.13130.2009. Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности (в ред. изм. № 1, утв. приказом МЧС России от 09.12.2010 № 643) ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
	Перенапряжение зрительного анализатора	ГОСТ 12.0.230-2007 ССБТ. Системы управления охраной труда. Общие требования СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы»
	Монотонность труда	МР 2257-80 Рекомендации по устранению и предупреждению неблагоприятного влияния монотонии на работоспособность человека в условиях современного производства Дата актуализации: 01.01.2021

В деятельности лаборатории широко используется электричество, которое при замыкании электрической цепи может быть опасным источником

для организма человека. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов, согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов» представлены в таблице 5.2.1.

Таблица 5.2.1 Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

Род тока	U, В	I, мА
	Не более	
Переменный, 50 Гц	2.0	0.3
Переменный, 400 Гц	3.0	0.4
Постоянный	8.0	1.0

Напряжения прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном (неаварийном) режиме электроустановки, не должны превышать значений, указанных в таблице. Средствами защиты от воздействия электрического тока являются: изолирующие устройства и покрытия, предохранительные устройства, устройства автоматического отключения, предупредительная сигнализация, знаки безопасности

Требования к производственному оборудованию согласно ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ: конструкция производственного оборудования и его отдельных частей должна исключать возможность их падения, опрокидывания и самопроизвольного смещения при всех предусмотренных условиях эксплуатации.

Микроклимат производственных помещений определяется действующими на организм человека температурой, относительной влажностью и скоростью движения воздуха, а также температурой окружающих поверхностей.

Длительное воздействие на человека неблагоприятного микроклимата резко ухудшает его самочувствие, снижает производительность труда и приводит к заболеваниям. Воздействие высокой температуры и влажности быстро утомляет, может привести к перегреву организма, повышению артериального давления, обезвоживанию организма. Понижение температуры и повышение скорости движения воздуха способствуют усилению

конвективного теплообмена и процесса теплоотдачи при испарении пота, что может привести к переохлаждению организма, частым респираторным заболеваниям. Оптимальные и допустимые метеорологические условия температуры и влажности устанавливаются согласно СанПиН 2.2.4.548-96. Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений приведены в таблице 5.2.3.

Таблица 5.2.3 – Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	I _a (до 139)	22-24	21-25	60-40	Не более 0.1
Теплый	I _a (до 139)	23-25	22-26	60-40	Не более 0.1

Оптимальные микроклиматические условия обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах. Недостаточная освещенность рабочей зоны вызывает нарушение работы зрительного аппарата и общее утомление, может быть причиной головных болей, снижает производительность труда. Оптимальная освещенность производственных помещений и рабочей зоны обеспечивает гигиенические условия для работающего персонала. Правильно подобранные и расположенные источники света повышают эффективность труда, предотвращают заболевания персонала и минимизируют риски нарушения техники безопасности.

По способу размещения и распределению освещенности применяют общее и комбинированное освещение. Искусственное освещение в помещениях для эксплуатации ПК должно осуществляться системой общего равномерного освещения.

В случаях преимущественной работы с документами, следует применять системы комбинированного освещения, когда к общему освещению дополнительно устанавливаются светильники, предназначенные для

освещения зоны расположения документов. Устройство только местного освещения недопустимо, так как оно создает большую разность освещенности рабочих поверхностей и окружающего пространства, что неблагоприятно сказывается на зрении, согласно СНиП 23-05-95*.

Окна в помещениях, где эксплуатируется вычислительная техника, должны быть ориентированы на север и северо-восток. Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения в соответствии с СанПиНом 2.2.1/2.1.1.1278-03 указаны в таблице 5.2.5.

Таблица 5.2.5 Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения

Помещения	Рабочая Поверхность и плоскость нормирования КЕО и освещенности (Г-горизонтальная, В-вертикальная) и высота плоскости над полом, м	Естественное освещение		Совмещенное освещение	
		КЕО e_n , %		КЕО e_n , %	
		При верхнем или комбинированном освещении	При боковом освещении	При верхнем или комбинированном освещении	При боковом освещении
Кабинеты, рабочие комнаты, офисы, представительств а	Г-0.8	3.0	1.0	1.8	0.6
Помещение	Искусственное освещение				
	Освещенность, Лк				
	При комбинированном освещении		При общем освещении	Показатель дискомфорта, М, не более	Коэффициент пульсации освещенности, Кп %, не более
Всего	От общего				
Кабинеты, рабочие комнаты, офисы, представительств а	400	200	300	40	15

Характеристика помещения лаборатории: длина = 7 м; ширина = 5 м; высота = 3.5 м; окраска стен – белая; окраска потолка – белая. Для освещения используются светильники с люминесцентными лампами ОД 2-40, с длиной 1230 мм, шириной 266 мм, высотой 158 мм, КПД 75%.

Расчет общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента

светового потока, учитывающим световой поток, отраженный от потолка и стен:

$$\Phi = \frac{E_H \cdot S \cdot K_a \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 35 \cdot 1.5 \cdot 1.1}{7 \cdot 0.49} = 5051 \text{ (лм)} \quad (5.6)$$

Нормируемая освещенность, согласно СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 $E_H=300$ лм. В соответствии со значением рассчитанного светового потока $\Phi=5051$ Лм, ближайшей световой люминесцентной лампой является лампа типа ЛХБ с электрической мощностью осветительной системы 80 Вт, световым потоком 5000 лм.

Допускается отклонение светового потока лампы не более чем на -10% $- +20\%$. Для этого выполняется проверка по формуле

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{л.станд}} - \Phi_{\text{л.расч}}}{\Phi_{\text{л.станд}}} \cdot 100\% \leq +20\% = \frac{5000 - 5051}{5000} \cdot 100\% = -1.02\%$$

Таким образом, отклонение составило -1.02% , что не превышает допустимые нормы.

Расчет освещения производится методом коэффициента использования светового потока, который показывает, какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность и зависит от:

- индекса помещения:

$$i = \frac{S}{h \cdot (A + B)} = \frac{35}{3.5 \cdot 12} = 0.83 \quad (5.7)$$

- коэффициента отражения стен (свежепобеленные, с окнами без штор): $\rho_{cm}=50\%$;
- коэффициент отражения потолка (свежепобеленный): $\rho_n=70\%$.

Для общего освещения применяются газоразрядные лампы: дневной (ЛД), холодно-белой (ЛХБ), тепло-белой (ЛТБ) и белой цветности (ЛБ).

Помещение лаборатории имеет следующие параметры:

- высота помещения: $H = 350$ см;
- расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 35$ см;

Рассчитаем высоту светильника над полом, высоту подвеса:

$$h_n = H - h_c = 350 - 35 = 315 \text{ см} \quad (5.1)$$

- высота рабочей поверхности над полом: $h_{pn} = 75$ см;
- рассчитаем высоту светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{pn} = 315 - 75 = 260 \text{ см} \quad (5.2)$$

При освещении рабочего помещения двухламповыми светильниками ОД при одиночной установке или при непрерывных рядах из одиночных светильников в соответствии с требованиями наименьшая допустимая высота подвеса над полом составляет 3.5 м. Рассчитанная величина $h = 2.6$ м не соответствует требованиям.

- расстояние между соседними светильниками: $L = 3.75$ м;
- расстояние от крайних светильников до стены: $l = 0.9$ м.

Данное расстояние от крайних светильников до стены является подходящим, так как необходимая величина равна:

$$\frac{L}{3} = \frac{3.75}{3} = 1.25 \text{ (м)} \quad (5.3)$$

Отношение расстояния между светильниками L к высоте их подвеса h_n определяет величина, равная:

$$\lambda = L/h \quad (5.4)$$

Оптимальное значение для расположения люминесцентных светильников без защитной решетки типов ОД и ОДО составляет 1.4. Рассчитаем оптимальное расстояние между светильниками:

$$L = \lambda \cdot h = 1.4 \cdot 2.6 = 3.64 \text{ (м)} \quad (5.5)$$

Расположение светильников в лаборатории соответствует установленным требованиям. Количество рядов светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{ряд}} = \frac{\left(B - \frac{2}{3}L\right)}{L} + 1 = \frac{\left(5 - \frac{2}{3} \cdot 3.75\right)}{3.75} + 1 = 1.66$$

Исходя из полученных результатов, оптимальным будет расположение светильников в два ряда. Количество светильников с люминесцентными лампами в ряду определяется по формуле:

$$n_{ce} = \frac{\left(A - \frac{2}{3}L\right)}{l_{ce} + 0.5} = \frac{\left(7 - \frac{2}{3} \cdot 3.75\right)}{1.23 + 0.5} = 2.59$$

Оптимальное количество светильников в ряду 3. Таким образом, для соблюдения требований освещения лаборатории необходимо 6 светильников с люминесцентными лампами ОД 2-40.

Превышение уровня шума возникает при работе механических и электромеханических изделий. В соответствии с ГОСТ 12.1.003-83. «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности» допустимый уровень шума при работе, требующей сосредоточенности, работе с повышенными требованиями к процессам наблюдения и дистанционного управления производственными циклами на рабочих местах в помещениях с шумным оборудованием, составляет 75 дБ.

В научной лаборатории высокоинтенсивной имплантации ионов основными источниками шума являются: принтер Vizon2, компьютеры (охлаждение внутри системного блока, оптические приводы DVD-ROM). В соответствии со спецификацией принтер Vizon2 имеет уровень шума 25 дБ. Уровень шума блока питания компьютера составляет 25-30 дБ, уровень шума охлаждающего устройства процессора 15-20 дБ, остальные элементы охлаждения являются пассивными и их уровень шума не учитывается. Шум, вызываемый работой оптических приводов, также не учитывается, так как они используются в работе незначительно малое время. Звукоизоляция в лаборатории не требуется, так как предельное значение уровня шума не достигается.

В зависимости от характеристик веществ и материалов, находящихся в помещении, по взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В, Г и Д в соответствии с СП 12.13130.2009. Рассматриваемое помещение лаборатории относится к категории В, так как в нем содержатся твердые горючие вещества в холодном состоянии. Возможные причины возгорания:

- работа с открытой электроаппаратурой;
- короткие замыкания в блоках питания;
- несоблюдение правил пожарной безопасности.

Согласно ГОСТ 12.1.004-91 профилактические мероприятия, подразделяются на организационно-технические, эксплуатационные и режимные. Организационно-технические мероприятия заключаются в проведении регулярных инструктажей сотрудников ответственным за пожарную безопасность, обучении сотрудников надлежащей эксплуатации оборудования и необходимым действиям в случае возникновения пожара, паспортизацию веществ, материалов и изделий в части обеспечения пожарной безопасности, изготовление и применение средств наглядной агитации по обеспечению пожарной безопасности. К эксплуатационным мероприятиям относят профилактические осмотры оборудования. Мероприятия режимного характера включают установление правил организации работ и соблюдение противопожарных мер.

Соблюдение правил пожарной безопасности, предотвращает возникновение возгораний и пожаров:

- содержание помещений в соответствии с требованиями пожарной безопасности;
- надлежащая эксплуатация оборудования (правильное включение оборудования в сеть электропитания, контроль нагрева оборудования);
- обучение производственного персонала правилам пожарной безопасности;
- наличие, правильное размещение и использование средств пожаротушения.

В помещении с электрооборудованием, во избежание поражения электрическим током, целесообразно использовать углекислотные или порошковые огнетушители. Огнетушители следует располагать на защищаемом объекте в соответствии с требованиями таким образом, чтобы они были защищены от воздействия прямых солнечных лучей, тепловых

потоков, механических воздействий и других неблагоприятных факторов (вибрация, агрессивная среда, повышенная влажность и т. д.). Они должны быть хорошо видны и легкодоступны в случае пожара. Предпочтительно размещать огнетушители вблизи мест наиболее вероятного возникновения пожара, вдоль путей прохода, а также около выхода из помещения. В лаборатории, на этаже находится 2 огнетушителя ОП-3, переносные порошковые. Лестничные пролеты оборудованы гидрантами, имеется кнопка пожарной сигнализации.

5.3 Экологическая безопасность

При работе в лаборатории возможные источники загрязнения окружающей среды с воздействием на:

- Селитебную зону: промышленные отходы (вторцвет- и чермет, пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника).
- Литосферу: в ходе создания фидстока в воздух могут попасть нано-частицы порошков керамик и металлов, что приводит к загрязнению литосферы.
- Гидросферу: наличие частиц металлов и абразива при использовании шлифовально-полировальной машины
- Атмосферу: пары расплавленного полимера.

Вышедшее из строя ПЭВМ и сопутствующая оргтехника относится к IV классу опасности и подлежит специальной утилизации согласно ГОСТ Р 53692-2009 «Ресурсосбережение. Обращение с отходами.» Этапы технологического цикла отходов, при которой более 90% отправится на вторичную переработку и менее 10% будут отправлены на свалки.

В ходе выполнения работы и обработки результатов также создается бытовой мусор (канцелярские, пищевые отходы, искусственные источники освещения), который должен быть утилизирован в соответствии с определенным классом опасности или переработан, чтобы не оказывать негативное влияние на состояние литосферы.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация (ЧС) – обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которые могут повлечь или повлекли за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей.

Под источником ЧС понимают опасное природное явление, аварию или опасное техногенное происшествие, широко распространенную инфекционную болезнь людей, сельскохозяйственных животных и растений, а также применение современных средств поражения

Рассмотрим возможные аварийные ситуации:

- Пожар в здании в результате неисправности в электрических сетях, нарушения технологического режима, нарушения техники пожарной безопасности сотрудников.

Нормы пожарной безопасности при работе на ПЭВМ и сопутствующей оргтехнике утверждены в ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования».

- Работать только за исправным оборудованием.
- Не подключать одновременно к сети количество потребителей, превышающих допустимую нагрузку.
- Иметь первичные средства пожаротушения (огнетушители, пожарные гидранты).
- Свободные эвакуационные выходы.
- Расположение схемы эвакуационных путей в месте наибольшего сосредоточения сотрудников.

В случае возникновения пожара в здании автоматически срабатывают датчики пожаротушения, и звуковая система оповещает всех сотрудников о немедленной эвакуации из здания. На этаже находится два огнетушителя и пожарных крана, а также три эвакуационных выхода.

Мероприятия по защите населения при возникновении ЧС проводятся согласно ГОСТ Р 22.3.03-94. Безопасность в ЧС. Защита населения. Основные положения:

Эвакуация сотрудников из зоны ЧС.

- Использование средств индивидуальной защиты органов дыхания и кожных покровов.
- Проведение аварийно-спасательных и других неотложных работ в зонах ЧС.
- Проведение мероприятий медицинской защиты (первая медицинская помощь).

5.5 Выводы по главе

В главе рассмотрены вредные и опасные факторы:

- электробезопасность (поражение электрическим током)
- производственный травматизм
- отклонение показателей микроклимата в лаборатории
- недостаточная освещенность рабочей зоны
- повышенный уровень шума
- пожарная опасность
- перенапряжение зрительного анализатора

Проведен расчет системы общего равномерного искусственного освещения для лаборатории. Рассмотрены чрезвычайные ситуации, и меры ликвидации их последствий. Мероприятия по предупреждению негативного воздействия вредных и опасных факторов на сотрудников, их соответствии нормативным требованиям описаны в соответствующих разделах главы.

Научная лаборатория перспективных материалов отнесена к классу В по пожароопасности и к 1 категории по электробезопасности.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе были разработаны пористые поддержки из оксида алюминия, получаемые методом экструзии для палладий-содержащих селективных мембран. Проведена оптимизация режимов экструзионной печати, а также доли фракции микро- и нанопорошков в фидстоке для получения материалов с требуемой пористостью и высокими механическими свойствами. По результатам работы были сделаны следующие выводы:

1. Установлено, что оптимальным соотношением микро/нано порошков является 75/25, так как при этом соотношении достигается самая высокая открытая пористость (примерно 33%) при температуре спекания 1300 °С, что позволяет использовать поддержки из него для создания мембран.

2. Установлено, что высокие значения открытой пористости характерны для образцов с большей концентрацией микро порошка, однако при этом они имеют более низкие прочностные характеристики при сравнимых плотностях образцов. Также было установлено что увеличение температуры спекания от 1300 до 1600 °С приводит к постепенному увеличению плотности от 2,76 до 3,50 г/см³ для соотношения микро-/нанопорошков 25/75 и от 2,61 до 3,03 г/см³ для соотношения 75/25.

3. Образцы, полученные из фидстока с большей долей нанопорошка, обладают более низкой газопроницаемостью даже при схожих значениях пористости и плотности по сравнению с образцами, в которых преобладает доля микропорошка. Газопроницаемость у поддержек, полученных печатью методом экструзии выше, чем у поддержек, полученных простым спеканием порошка.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. Weber, M. Drobek, B. Rebière, C. Charmette, J. Cartier, A. Julbe, M. Bechelany, Hydrogen selective palladium-alumina composite membranes prepared by atomic layer deposition, *J. Membr. Sci.* 596 (2020).
2. S.N.R. Isfahani, A. Sedaghat, A hybrid micro gas turbine and solid state fuel cell power plant with hydrogen production and CO₂ capture, *Int. J. Hydrogen Energy* 41 (2016) 9490–9499.
3. S. Sharma, S.K. Ghoshal, Hydrogen the future transportation fuel: from production to applications, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 43 (2015) 1151–1158.
4. P. Li, H.Z. Chen, T.S. Chung, The effects of substrate characteristics and pre-wetting agents on PAN-PDMS composite hollow fiber membranes for CO₂/N₂ and O₂/N₂ separation, *J. Membr. Sci.* 434 (2013) 18–25.
5. C.Z. Liang, T.S. Chung, J.Y. Lai, A review of polymeric composite membranes for gas separation and energy production, *Prog. Polym. Sci.* 97 (2019) 101141.
6. K.S. Rothenberger, B.H. Howard, R.P. Killmeyer, A.V. Cugini, R.M. Enick, F. Bustamante, M.V. Ciocco, B.D. Morreale, R.E. Buxbaum, Evaluation of tantalum-based materials for hydrogen separation at elevated temperatures and pressures, *J. Membr. Sci.* 218 (2003) 19–37.
7. D.A. Pacheco Tanaka, J.A. Medrano, J.L. Viviente Sole, F. Gallucci, *Metallic Membranes for Hydrogen Separation*, Elsevier Inc., 2020.
8. Y.K. Vijay, S. Wate, N.K. Acharya, J.C. Garg, The titanium-coated polymeric membranes for hydrogen recovery, *Int. J. Hydrogen Energy* 27 (2002) 905–908.
9. S.K. Gade, P.M. Thoen, J.D. Way, Unsupported palladium alloy foil membranes fabricated by electroless plating, *J. Membr. Sci.* 316 (2008) 112–118.
10. E. Tosto, D. Alique, D. Martinez-Diaz, R. Sanz, J.A. Calles, A. Caravella, J.A. Medrano, F. Gallucci, Stability of pore-plated membranes for hydrogen production in fluidized-bed membrane reactors, *Int. J. Hydrogen Energy* 45 (2019) 7374–7385.

11. N.A. Al-Mufachi, N.V. Rees, R. Steinberger-Wilkens, Hydrogen selective membranes: a review of palladium-based dense metal membranes, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 47 (2015) 540–551.
12. F. Roa, J.D. Way, Influence of alloy composition and membrane fabrication on the pressure dependence of the hydrogen flux of palladium-copper membranes, *Ind. Eng. Chem. Res.* 42 (2003) 5827–5835.
13. M.R. Rahimpour, H. Elekaei, A comparative study of combination of Fischer-Tropsch synthesis reactors with hydrogen-permselective membrane in GTL technology, *Fuel Process. Technol.* 90 (2009) 747–761.
14. K.E. Coulter, J.D. Way, S.K. Gade, S. Chaudhari, G.O. Alptekin, S.J. DeVoss, S.N. Paglieri, B. Pledger, Sulfur tolerant PdAu and PdAuPt alloy hydrogen separation membranes, *J. Membr. Sci.* 405–406 (2012) 11–19.
15. Li, T. Boyd, J. Lim, J.R. Grace, Development of palladium-alloy membranes for hydrogen separation and purification, *J. Membr. Sci. Res.* 6 (2020) 99–106.
16. S.N. Paglieri, J.D. Way, Innovations in palladium membrane research, *Sep. Purif. Methods* 31 (2002) 1–169.
17. K. Kuraoka, H. Zhao, T. Yazawa, Pore-filled palladium-glass composite membranes for hydrogen separation by novel electroless plating technique, *J. Mater. Sci.* 39 (2004) 1879–1881.
18. S. Abate, C. Genovese, S. Perathoner, G. Centi, Performances and stability of a Pd-based supported thin film membrane prepared by EPD with a novel seeding procedure. Part 1 – behaviour in H₂:N₂ mixtures, *Catal. Today* 145 (2009) 63–71.
19. J. Shu, A. Adnot, B.P.A. Grandjean, S. Kaliaguine, Structurally stable composite Pd-Ag alloy membranes: Introduction of a diffusion barrier, *Thin Solid Films* 286 (1996) 72–79.
20. D. Alique, M. Imperatore, R. Sanz, J.A. Calles, M. Giacinti Baschetti, Hydrogen permeation in composite Pd-membranes prepared by conventional

electroless plating and electroless pore-plating alternatives over ceramic and metallic supports, *Int. J. Hydrogen Energy* 41 (2016) 19430–19438.

21. T.H.Y. Tran, W.G. Haije, V. Longo, W.M.M. Kessels, J. Schoonman, Plasma-enhanced atomic layer deposition of titania on alumina for its potential use as a hydrogen-selective membrane, *J. Membr. Sci.* 378 (2011) 438–443.

22. P.O. Oviroh, R. Akbarzadeh, D. Pan, R.A.M. Coetzee, T.C. Jen, New development of atomic layer deposition: processes, methods and applications, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 20 (2019) 465–496.

23. Z. Shi, S. Wu, J.A. Szpunar, M. Roshd, An observation of palladium membrane formation on a porous stainless steel substrate by electroless deposition, *J. Membr. Sci.* 280 (2006) 705–711.

24. I.P. Mardilovich, E. Engwall, Y.H. Ma, Dependence of hydrogen flux on the pore size and plating surface topology of asymmetric Pd-porous stainless steel membranes, *Desalination* 144 (2002) 85–89.

25. Y. Huang, R. Dittmeyer, Preparation of thin palladium membranes on a porous support with rough surface, *J. Membr. Sci.* 302 (2007) 160–170.

26. N. Itoh, T. Akiha, T. Sato, Preparation of thin palladium composite membrane tube by a CVD technique and its hydrogen permselectivity, *Catal. Today* 104 (2005) 231–237.

27. Y. Guo, X. Zhang, H. Deng, X. Wang, Y. Wang, J. Qiu, J. Wang, K.L. Yeung, A novel approach for the preparation of highly stable Pd membrane on microporous α -Al₂O₃ tube, *J. Membr. Sci.* 362 (2010) 241–248

28. Ngo T. D. et al. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges //Composites Part B: Engineering. – 2018. – T. 143. – C. 172-196.

29. Suryawanshi J., Prashanth K. G., Ramamurty U. Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel //Materials Science and Engineering: A. – 2017. – T. 696. – C. 113-121.

30. Barba D. et al. On the size and orientation effect in additive manufactured Ti-6Al-4V //Materials & Design. – 2020. – T. 186. – C. 108235.

31. Trosch T. et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting //Materials letters. – 2016. – T. 164. – C. 428-431.
32. Darvish K. et al. Selective laser melting of Co-29Cr-6Mo alloy with laser power 180–360 W: Cellular growth, intercellular spacing and the related thermal condition //Materials Characterization. – 2018. – T. 135. – C. 183-191.
33. Glerum J. A. et al. Synthesis of precipitation-strengthened Al-Sc, Al-Zr and Al-Sc-Zr alloys via selective laser melting of elemental powder blends //Additive Manufacturing. – 2020. – T. 36. – C. 101461.
34. Frazier W. E. Metal additive manufacturing: a review //Journal of Materials Engineering and performance. – 2014. – T. 23. – C. 1917-1928.
35. Gong H. et al. Comparison of stainless steel 316L parts made by FDM- and SLM-based additive manufacturing processes //Jom. – 2019. – T. 71. – C. 880-885.
36. Ebel T. Metal injection molding (MIM) of titanium and titanium alloys //Handbook of Metal Injection Molding. – Woodhead Publishing, 2019. – C. 431-460.
37. Miura H., Osada T., Itoh Y. Metal injection molding (MIM) processing //Advances in Metallic Biomaterials: Processing and Applications. – 2015. – C. 27-56.
38. Suwanpreecha C. et al. Influence of specimen layout on 17-4PH (AISI 630) alloys fabricated by low-cost additive manufacturing //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2021. – T. 52. – C. 1999-2009.
39. Popescu D. et al. FDM process parameters influence over the mechanical properties of polymer specimens: A review //Polymer Testing. – 2018. – T. 69. – C. 157-166.
40. Suwanpreecha C., Manonukul A. A review on material extrusion additive manufacturing of metal and how it compares with metal injection moulding //Metals. – 2022. – T. 12. – №. 3. – C. 429.

41. Bellini A., Shor L., Guceri S. I. New developments in fused deposition modeling of ceramics //Rapid Prototyping Journal. – 2005.
42. Manonukul A. et al. Study of recycled and virgin compounded metal injection moulded feedstock for stainless steel 630 //Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering. – 2007. – T. 1. – №. 4. – C. 411-420.
43. Lengauer W. et al. Fabrication and properties of extrusion-based 3D-printed hardmetal and cermet components //International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2019. – T. 82. – C. 141-149.
44. Chen C. L., Thomson R. C. Study on thermal expansion of intermetallics in multicomponent Al–Si alloys by high temperature X-ray diffraction //Intermetallics. – 2010. – T. 18. – №. 9. – C. 1750-1757.
45. Wu G. et al. Solid freeform fabrication of metal components using fused deposition of metals //Materials & Design. – 2002. – T. 23. – №. 1. – C. 97-105.
46. Agarwala M. K. et al. Filament feed materials for fused deposition processing of ceramics and metals //1996 International solid freeform fabrication symposium. – 1996.
47. Hasib A. G. et al. Rheology scaling of spherical metal powders dispersed in thermoplastics and its correlation to the extrudability of filaments for 3D printing //Additive Manufacturing. – 2021. – T. 41. – C. 101967.
48. Gonzalez-Gutierrez J. et al. 3D printing conditions determination for feedstock used in fused filament fabrication (FFF) of 17-4PH stainless steel parts //Metalurgija. – 2018. – T. 57. – №. 1-2. – C. 117-120.
49. Heaney D. F. (ed.). Handbook of metal injection molding. – Woodhead Publishing, 2018.
50. German R. M. Sintering theory and practice. – 1996. – C. 568.
51. European Powder Metallurgy Association et al. Metal Injection Moulding: A Manufacturing Process for Precision Engineering Components //European Powder Metallurgy Association: Shrewsbury, UK. – 2013.

52. Xomeritakis G., Lin Y. S. Fabrication of a thin palladium membrane supported in a porous ceramic substrate by chemical vapor deposition //Journal of Membrane Science. – 1996. – T. 120. – №. 2. – C. 261-272.

53. Lee D. W., Yu C. Y., Lee K. H. Synthesis of Pd particle-deposited microporous silica membranes via a vacuum-impregnation method and their gas permeation behavior //Journal of colloid and interface science. – 2008. – T. 325. – №. 2. – C. 447-452.

54. Checchetto R. et al. Nanolayers on nanochannels for hydrogen purification //Journal of Applied Physics. – 2009. – T. 105. – №. 3. – C. 034502.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Раздел 2

MATERIALS AND METHODS

Обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Дюсамбаев Адилжан Канагатович		

Консультант школы отделения (НОЦ) ИЯТШ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ	Кудияров Виктор Николаевич	к.т.н.		

Консультант – лингвист отделения (НОЦ) школы ОИЯ

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ОИЯ	Квашнина Ольга Сергеевна			

2 MATERIALS AND METHODS

1 Materials

As the main material for creating supports, aluminum oxide powder of two fractions, micro and nano, is used. The MC 2163 binder acted as a polymer binder (PM-binder). This is a binder with a closed composition, which makes it possible to print parts at a low mass content in the feedstock composition.

2 Creating a feedstock

To create a feedstock, aluminum oxide powder of a micro/nano size fraction is used in mass ratios of 25/75, 50/50 and 75/25. The powder is mixed with feedstock in a 60/40 volume ratio, respectively. For weighing, technical scales FC-500i (AND, Japan) are used, the accuracy of the scales is 0.05 grams. For mixing, a Vibrotechnik mixer (Turbula, Russia) is used. The mixing time is on average 15-30 minutes depending on the amount of powder.

For complete mixing, so that the PM binder completely covers each powder particle, a screw extruder is used. Full coverage with PM binder is achieved due to high extrusion temperature, about 160°C. For full coverage of the powder, this process is repeated 4-5 times, reducing the nozzle size from 5 to 0.4 mm. The resulting material after extrusion is crushed into granules with a size of about 5 mm.

3 Creating a CAD model

To create a model, the automatic design system (CAD) "KOMPAS-3 D " is used. This CAD makes it possible to quickly model the necessary parts, and also provides the ability to customize the detailing parameters of the future part and the format for the 3D printer software.

4 Printing

Bizon 2 printer (3DiY, Russia) was originally suitable for printing from plastic, but was modified for printing with a feedstock of metal and ceramic materials with a PM binder in the composition (Figure 4). The design of the printer

allows you to print enough voluminous parts and at the same time provides high accuracy.

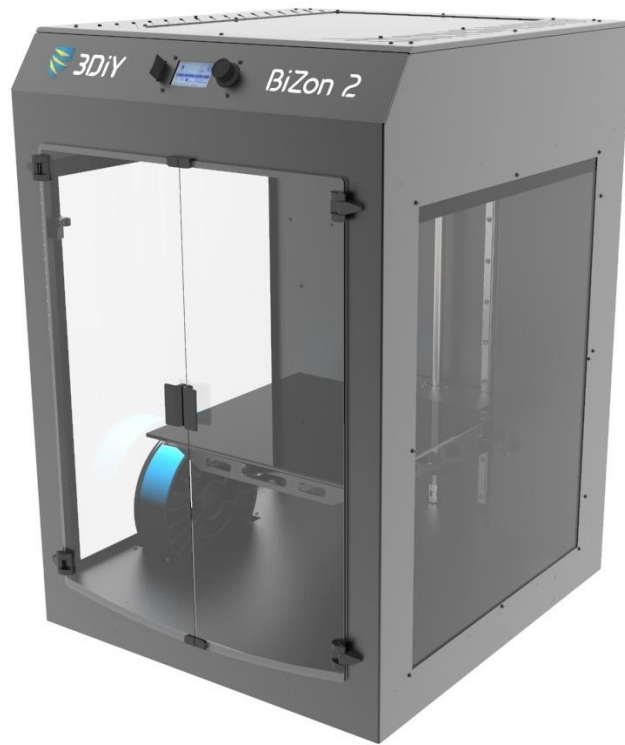
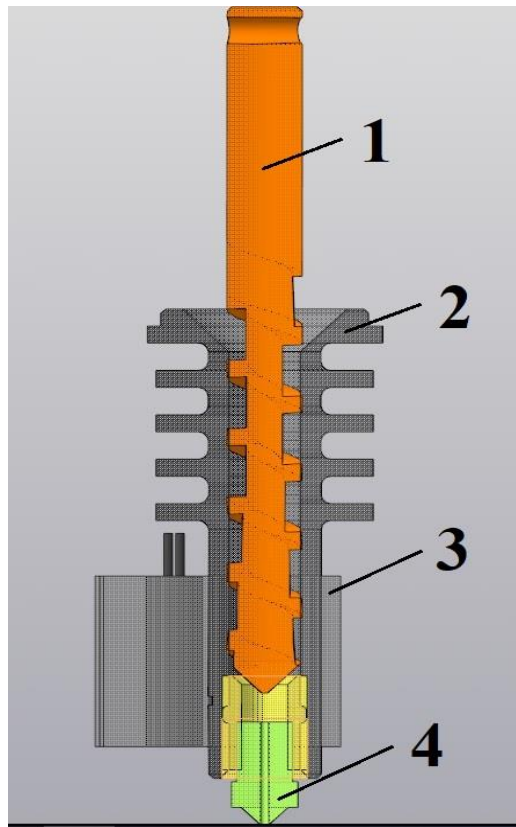


Figure 4 - Printer "Bizon 2"

4.1 Screw extruder

The main part of the printer is the screw extruder, equipment that is used to soften the feedstock and shape it by forcing it through a nozzle with a given diameter (Figure 4.1).

- The auger rotates and pushes the feedstock through the nozzle.
- Feedstock is fed into the upper part, from where the screw takes it.
- The heating element is necessary so that the PM binder becomes soft and the feedstock can be printed.
- The nozzle, which has a diameter of 0.4-1.5 mm, forms a strand and the detailing of the future part is determined by it.



1 - Auger; 2 - Extruder body; 3 - Heater; 4 - Nozzle

Figure 4.1 - Schematic representation of a screw extruder

5 Debinding and sintering

After printing, we get a "green" part, which consists of aluminum oxide and a PM binder. In order to sinter the part, it is necessary to perform a debinding process. Debinding is the process by which a PM binder is removed from a part.

Debinding is divided into two types - mortar and catalytic (the polymer is removed during high-temperature sintering, often in a reducing environment). The main disadvantage of catalytic debinding is the duration of the process - the parts are in the furnace at a high temperature (400 - 600 °C) for several days. As part of this work, mortar debinding was chosen, the parts were released into acetone for a day, after which the acetone was drained, and the parts were dried at room temperature for another day.

After debinding, a "brown" part is obtained, which can be sintered. Before sintering, the part is quite fragile and can be deformed or destroyed even with a small

force, however, after sintering, the samples acquire final properties and become extremely resistant to external deformations.

The obtained samples were sintered at a temperature of 1300–1600°C with a step of 100°C in a shaft electric resistance furnace TK-27 1700Sh3F (Termokeramika, Russia).

6 Sample preparation

The parts were prepared for research by grinding with sandpaper of various grain sizes. This process was carried out using a Saphir 320 ATA grinder (Germany). This stage is necessary due to the fact that the printing process implies a layered overlay of layers, and as a result of this, the outer surface of the parts turns out to be ribbed. Thanks to grinding, you can achieve a smooth surface, which will allow you to conduct research with great accuracy. We received cylindrical specimens, with a diameter of 10 mm and a thickness of 3 mm, and beams with a length of 22 mm, a thickness of 2 mm and a width of 4 mm.

7 Evaluation of mechanical properties

7.1 Three-point bending strength

This method is used to determine the bending properties of non-reinforced and reinforced plastics, including high modulus composites and electrical insulating materials, using a three-point loading system to apply a load to a freely supported specimen. This method is generally applicable to both rigid and semi-rigid materials, but bending strength cannot be determined for those materials that do not break or deform on the outer surface of the test specimen within the 5.0% strain limit .

Gotech AI-7000M was used in the three-point bend test (Figure 7.1).



Figure 7.1 - Gotech AI-7000M setup

Samples of 2 mm x 4 mm x 18 mm were printed for the test. The Gotech data acquisition software was used to enable the minimum load (0.1 N) on the sample and start data collection. The data collection frequency was 124 Hz. The loading speed was set to 0.5 mm/min according to ASTM (D790). The distance between spans was 16 mm.

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (1)$$

Where: σ - stress, MPa; P - load on the sample, kg·N ; L – distance between spans, mm; b – sample width, mm; d – sample height, mm.

7.2 Density for hydrostatic weighing

The density of ceramic products is an indicator for determining the degree of completion of the sintering process of ceramic bodies. Density is used to determine the sintering temperature and sintering interval, which allows conclusions to be drawn about the firing behavior of the material.

After sintering, each ceramic product is typically characterized by water absorption, open and total porosity, average density, and relative density.

When the mass of a body is known, determining the average density is reduced to measuring its volume, including the volume of all its pores. To determine the volume, hydrostatic weighing of a sample preliminarily saturated with a liquid that does not interact with the material under study is widely used. The method of saturation and subsequent hydrostatic weighing makes it possible to simultaneously determine the average density and open porosity.

The test specimens were weighed in air, then saturated with kerosene under vacuum. After saturation, the samples were weighed to obtain a mass of liquid-saturated samples. Then the samples were weighed in the liquid in which they were saturated, obtaining a mass of the sample without pores.

Samples were weighed on an analytical balance with an error of ± 0.0001 g; a fore-vacuum pump was used for vacuuming.

The following formula was used to calculate the average density:

$$\rho_{cp} = \frac{m_0 \cdot \rho_{ж}}{m_1 - m_2} \quad (2)$$

Where: m_0 - mass of a dry sample, g; m_1, m_2 - mass of a sample saturated with kerosene when weighed in kerosene and in water, respectively, g; $\rho_{ж}$ - density of kerosene, g/cm³.

7.3 Permeability

Hydrogen permeability tests were carried out using an automated gas process control complex (GRAM, TPU, Tomsk) equipped with a gas permeable chamber. For the hydrogen permeability test, the samples were placed in a chamber with a rubber seal. The area of the active surface of the samples was 1.9×10^{-5} m². The chamber was evacuated to a residual pressure of 1×10^{-3} Pa on both sides of the sample. The tests were carried out at room temperature 25°C. On the gas supply side, the hydrogen pressure was set to 0.9 MPa. The gas pressure drop was measured on a pre-calibrated gas supply volume. The setup diagram is shown in figure 7.3.

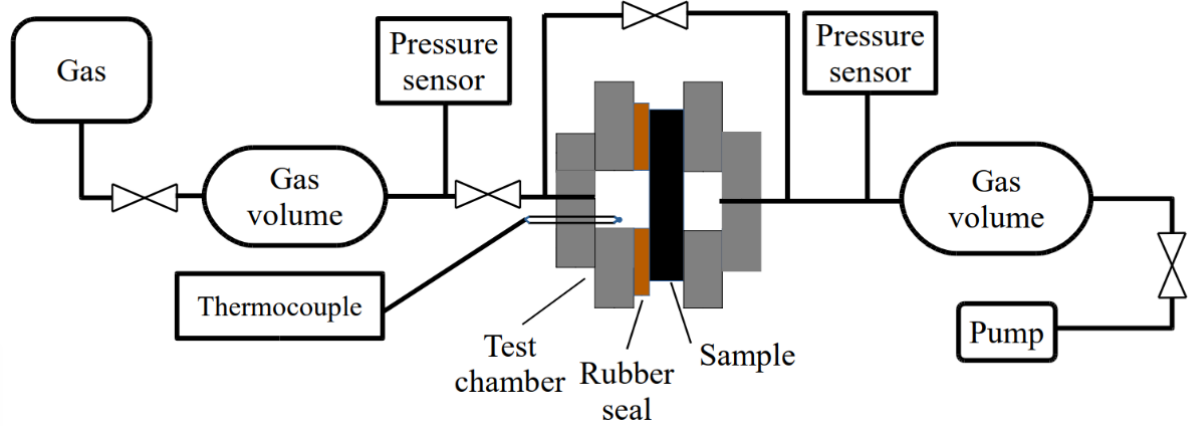


Figure 7.3 - The principle of GRAM operation

The main characteristics of supports and membranes are gas flow and permeability. Flux (F) is the total transport of a substance across a membrane and can be expressed as mass or molar concentration per unit time per unit area. Permeability (J) is defined as flow per unit pressure difference between the inlet and outlet side of the membrane.

$$j = \Phi \times \frac{d}{\Delta P} \quad (2)$$

where: Φ - gas consumption, $\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$; J - gas permeability, $\text{mol}/(\text{m} \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$; d - sample thickness, m ; ΔP - pressure difference at the inlet and outlet of the sample, Pa .