

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

Институт физики высоких технологий

Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология, профиль Химия и технология биологически активных веществ

Кафедра Биотехнологии и органической химии

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Особенности состава продуктов сверхкритической флюидной экстракции бензолом горючего сланца

УДК 665.71.032.57

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4А	Мельников Ярослав Юрьевич		28.04.16

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник	Коваленко Елена Юрьевна	к.х.н		01.06.16г
Доцент	Сарычева Тамара Александровна	к.х.н., доцент		03.06.2016

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Меньшикова Екатерина Валентиновна	к.ф.н., доцент		24.05.16г

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Юрий Митрофанович	д.т.н., профессор		28.07.16г

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
БИОХ	Краснокутская Елена Александровна	д.х.н., профессор		3.06.2016

Томск – 2016 г.

Планируемые результаты обучения
по ООП 18.04.01 «Химическая технология» (магистр)
профиль «Химия и технология биологически активных веществ»

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

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

Институт физики высоких технологий

Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология, профиль Химия и технология биологически активных веществ

Кафедра биотехнологии и органической химии

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой БИОХ

 14.03.16 Краснокутская Е.А.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
4ГМ4А	Мельников Ярослав Юрьевич

Тема работы:

Особенности состава продуктов сверхкритической флюидной экстракции бензолом горючего сланца

Утверждена приказом директора (дата, номер)

№ 3086/с от 25.04.2016

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объект исследования: горючие сланцы Тимано-Североуральского региона; пиролизаты прошедшие сверхкритическую флюидную экстракцию; требования к сырью; особые требования к особенностям эксплуатации объекта в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам;
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; Задачи исследования: 1) С помощью современных аналитических методов анализа (элементный анализ, ИК-, ПМР- спектроскопии, хромато-масс спектрометрии, структурно-группового анализа) охарактеризовать пиролизаты; 2) Определить компонентный состав пиролизатов; 3) С помощью современных аналитических методов анализа (элементный анализ, ИК-, ПМР- спектроскопии, хромато-масс спектрометрии, структурно-группового анализа)

	охарактеризовать полученные компоненты выделенные из пиролизатов; Содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе.
Перечень графического материала	1.Сегментирование рынка 2.Оценка конкурентоспособности технических решений 3.Матрица SWOT 4.График проведения и бюджет НТИ 5.Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НТИ 6. Потенциальные риски 7. Схема размещения светильников на потолке 8. План эвакуации 9. Балансовая схема образования суммарных выбросов

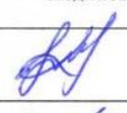
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Меньшикова Елена Валентиновна
Социальная ответственность	Федорчук Юрий Митрофанович
Раздел на иностранном языке	Сумцова Ольга Витальевна
Раздел на иностранном языке	Потапов Андрей Сергеевич

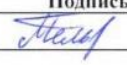
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках: Литературный обзор

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	10.02.2016
---	------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник	Коваленко Елена Юрьевна	к.х.н		10.02.16
Доцент	Сарычева Тамара Александровна	к.х.н.		10.02.16

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4А	Мельников Ярослав Юрьевич		10.02.16

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 127 с., 56 рисунков, 41 таблица, 50 источников, 2 приложения.

Ключевые слова: горючие сланцы, неизотермическое растворение, сверхкритическая, экстракция, состав

Объектом исследования являются пробы горючих сланцев Чим-Люптюгской площади, Яренского сланценосного района, Тимано-Североуральского региона, прошедшие неизотермическое растворение в сверхкритических условиях в бензоле.

Цель работы – изучение состава жидких продуктов неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях.

В процессе исследования проводились: жидкостно–адсорбционная хроматография, элементный анализ, криоскопическое измерение молекулярных масс, ИК-Фурье-, ПМР-спектроскопия, хромато-масс спектрометрия, криоскопическое измерение молекулярных масс и структурно групповой анализ.

В результате исследования были получены данные о составе исследуемого образца.

Степень внедрения: на данной стадии, исследование нуждается в более детальном изучении.

Область применения: теплоэнергетика, и химические производства

Экономическая эффективность/значимость работы: интенсивное потребление нефти и природного газа при их ограниченных ресурсах обуславливают неизбежное расширение масштабов использования твердых горючих ископаемых, в том числе и горючих сланцев.

В будущем планируется более детально изучить состав образцов исследованных в данной работе, и сделать более конкретные выводы.

Оглавление

Введение.....	10
1 Обзор литературы.....	12
1.1 Характеристика горючих сланцев.....	12
1.1.1 Мировые запасы горючих сланцев.....	13
1.1.2 Минеральная часть горючих сланцев.....	14
1.1.3 Органическое вещество сланцев.....	15
1.1.4 Характеристика гетероатомных компонентов органического вещества горючих сланцев.....	16
1.1.4.1 Серосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев.....	16
1.1.4.2 Азотосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев.....	16
1.1.4.3 Кислородосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев.....	17
1.2 Основные промышленные способы переработки твердых горючих ископаемых.....	19
1.2.1 Коксование.....	19
1.2.2 Полукоксование.....	19
1.2.3 Газификация.....	20
1.2.4 Гидрогенизация.....	21
1.2.5 Экстракция.....	21
1.2.5.1 Физико-химические основы процесса сверхкритической экстракции..	22
1.2.5.2 Преимущества сверхкритических растворителей.....	23

2 Объекты и методы исследования.....	25
2.1 Объект исследования.....	25
2.2 Методы анализа.....	25
2.2.1 Хроматографическое разделение образцов на компоненты.....	25
2.2.2 Инфракрасно спектрометрический анализ.....	26
2.2.3 ЯМР (ПМР) спектрометрический анализ.....	27
2.2.4 Элементный анализ.....	29
2.2.5 Метод криоскопического измерения молекулярных масс.....	29
2.2.6 Структурно групповой анализ.....	30
2.2.7 Хромато-масс спектрометрия.....	30
3 Результаты проведенного исследования.....	32
3.1 Общая характеристика пиролизатов.....	32
3.2 Характеристика компонентов пиролизатов.....	37
3.2.1 Характеристика асфальтенов.....	37
3.2.2 Характеристика смол.....	38
3.2.3 Характеристика высокомолекулярных гетероатомных компонентов горючего сланца.....	39
3.2.4 Характеристика масел.....	42
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение....	63
4.1 Предпроектный анализ.....	63
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования.....	63
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	63

4.1.3 FAST анализ.....	64
4.1.4 SWOT анализ.....	66
4.1.5 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	67
4.1.6 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования.....	68
4.2 Инициация проекта.....	68
4.2.1 Цель и результат проекта.....	68
4.2.2 Организационная структура проекта.....	69
4.2.3 Ограничения и допущения проекта.....	70
4.3 Планирование управления научно-техническим проектом.....	70
4.3.1 План проекта.....	70
4.3.2 Бюджет научного исследования.....	71
4.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы.....	73
4.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды.....	74
4.3.5 Накладные расходы.....	74
4.3.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта....	76
4.3.7 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	77
5 Социальная ответственность.....	82
5.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды.....	82
5.1.1 Метеоусловия.....	82
5.1.2 Вредные вещества.....	85
5.1.3 Производственный шум.....	90

5.1.4 Освещенность.....	91
5.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды.....	94
5.2.1 Электробезопасность.....	94
5.2.2 Факторы пожарной и взрывной природы.....	95
5.3 Охрана окружающей среды.....	97
5.4 Защита в чрезвычайных ситуациях.....	98
5.5 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	100
Заключение.....	104
Список публикаций.....	104
Список использованных источников.....	105
Приложение А.....	110
Приложение Б.....	116

Введение

Интенсивное потребление нефти и природного газа при их ограниченных ресурсах обуславливают неизбежное расширение масштабов использования твердых горючих ископаемых (ТГИ), в том числе и горючих сланцев (ГС). По запасам ГС Россия занимает одно из первых мест в мире и имеет опыт в области технологии их переработки и применения [1].

В то же время следует заметить, что существующие технологии переработки горючих сланцев энергозатратны, характеризуются относительно невысокой производительностью и низкой степенью конверсии органического вещества в жидкие продукты, что обуславливает поиск новых, высокоэффективных методов их переработки, одним из которых может быть сверхкритическая флюидная технология. За счет уникальных свойств растворители при сверхкритических условиях возможно не только более интенсивное растворение находящихся в порах органических соединений (битумоидов), но и уменьшение прочности донорно – акцепторных взаимодействий между отдельными фрагментами полимерной матрицей органического вещества, что будет способствовать более мягким условиям термической деструкции. Следовательно, можно ожидать как увеличения общей степени конверсии органического вещества горючего сланца, так и расширение спектра получаемых продуктов.

Исследование подобного рода является актуальными и необходимыми для оптимизации условий процесса ожижения и обоснования направлений переработки образующихся углеводородов.

Так же данная работа представляет данные по обеспечению и созданию безопасного исследования. Разработаны и рассчитаны данные по обеспечению ресурсоэффективности, ресурсосбережению, социальной безопасности, а также экономически целесообразному введению исследования.

Цель данного исследования: изучение состава жидких продуктов (пиролизатов) неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Провести анализ литературы по теме данного исследования;
2. С помощью современных аналитических методов анализа (элементный анализ, ИК-, ПМР- спектроскопии, хромато-масс спектрометрии, структурно-группового анализа) охарактеризовать пиролизаты;
3. Определить компонентный состав пиролизатов и охарактеризовать их;
4. Обработать полученные данные;

Новизна данного исследования заключается в том, что для образца горючего сланца Чим-Лоптюгской площади, Яренгского сланценосного района, Тимано-Североуральского региона, прошедших неизотермическое растворение в среде бензола при сверхкритических условиях, впервые получены количественные и качественные данные о жидких продуктах и их компонентах.

Практическая значимость определяется тем, что знание количественных и качественных характеристик жидких продуктов неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях имеет большое значение для решения вопросов, связанных с оптимизацией условий процесса ожижения горючих сланцев и обоснования направлений переработки образующихся углеводородов.

1 Обзор литературы

Важность изучения твердых горючих ископаемых заключается в первую очередь в том, что они являются не только основным сырьем в энергетической промышленности, но и могут быть ценным химическим сырьем, из которого в процессе переработки возможно получить большое количество различных химических продуктов. Твердые горючие ископаемые представлены в основном бурыми, каменными углями и горючими сланцами.

В органическом веществе горючих сланцев, достаточно высокое содержание водорода ($H/C > 1.0$), что позволяет отнести их к перспективному сырью в получении жидких углеводородов. В настоящее время обнаруженные на территории России и геологически разведанные запасы горючих сланцев исчисляются десятками миллиардов тонн.

1.1 Характеристика горючих сланцев

Среди каустоболитов, особое положение занимают горючие сланцы, как по условиям образования породы, химическому и петрографическому составу, так и по свойственной им роли в развитии топливной и химической промышленности.

В настоящее время практически не существует геологического или химического определения горючих сланцев. Однако, можно предположить, что любая порода, залегающая на небольшой глубине и дающая при пиролизе сланцевую смолу в промышленных количествах, считается горючими сланцами (единственным исключением являются песчаники).

Горючие сланцы – это осадочная горная порода, глинистая, кремнистая, тонкослоистая, при выветривании листовая или массивная, с содержанием сапропеливого органического вещества от 20 до 60-80 %; цвет – коричневатосерый, коричневатожелтый, оливково-серый. При нагревании без доступа воздуха до 500 °C или с доступом воздуха при 1000 °C разлагается с выделением нефтеподобной смолы (сланцевого масла), сухих горючих газов и

воды [1]. Накопление исходного вещества горючих сланцев - остатков в основном простейших планктонных водорослей, а также в небольших количествах зоопланктона и фрагментов данной растительности, происходит главным образом в неглубоких прибрежных частях морских бассейнов с нормальным солевым и газовым составом вод и в озерах. Горючие сланцы широко распространены в отложениях кембрия и неона [2].

Теплотворная способность сланцев невысока и составляет 1000-1500 ккал/кг или 4,2-6,3 МДж/кг. Выход смолы на всю массу сланцев невысок и не превышает 5-10 %, но выход ее на органическую массу довольно значителен и для некоторых сланцев превышает 50 % [3].

Горючие сланцы как твердое комплексное органоминеральное ископаемое могут найти промышленное использование в следующих направлениях:

- сжигание сланца, смолы и газа для энергетических целей;
- производство на основе продуктов термического разложения горючего сланца, сланцехимических продуктов;
- изготовление препаратов - стимуляторов роста растений, гербицидов;
- извлечение редких элементов и сопутствующих компонентов.

1.1.1 Мировые запасы горючих сланцев

Современное развитие экономики тесно связано с всевозрастающими объемами потребления топливно-энергетических ресурсов. Достигнутый уровень мирового потребления их превышает 10 млрд. т. условного топлива в год и в ближайшее время возрастет до 20 млрд. т. Наиболее эффективным и удобным энергоносителем является нефть. Поэтому доля ее в мировом топливно-энергетическом балансе приблизилась к 50 %, а в некоторых странах уже перешагнула этот рубеж. Такой высокий уровень потребления нефти ведет к быстрому истощению ее ресурсов. Для сохранения ее ресурсов и более рационального их использования, важное значение, приобретает производство синтетических видов топлива, по химическому составу и теплотворной

способности не уступающих природной нефти. Одним из таких видов является сланцевое масло, или сланцевая смола, получаемая из органического вещества горючих сланцев при высокотемпературном воздействии.

Горючие сланцы имеют широкое распространение на всех континентах земного шара. Прогнозные их ресурсы оцениваются в 930 трлн.т, а потенциальные запасы заключенной в них сланцевой смолы – в 53 трлн.т, что во много раз превышает мировые запасы нефти [4]. Этим объясняется тот большой интерес, который проявляется в последние годы к горючим сланцам как к возможному источнику получения синтетической нефти. Наиболее крупные исследования в этом направлении проводятся в Канаде, США, Германии, Бразилии, Австралии, Марокко. Предполагается, что в ближайшее время синтетическая нефть из горючих сланцев будет играть в этих странах заметную роль в компенсации дефицита природной нефти. Расширяются подобные исследования в Болгарии, Югославии, Венгрии, Румынии.

Наша страна располагает значительными запасами горючих сланцев. На ее территории известно свыше 80 месторождений, большинство из которых сосредоточено в европейской части страны [5]. Следует отметить, что Западная Сибирь так же располагает значительными запасами горючих сланцев.

1.1.2 Минеральная часть сланцев

В большинстве случаев, минеральная часть горючих сланцев преобладает над их органической составляющей. Минеральная часть характеризуется достаточно разнообразным химическим составом. Главные породообразующие компоненты характеризуются карбонатным, глинистым, глинисто-карбонатным, алевроито-глинистым, кремнистым и кремнисто-глинистым материалом обломочно-пелитоморфной структуры. Основными группами минералов являются карбонаты (главным образом доломит и кальцит, реже анкерит, сидерит и др.), силикаты и алюмосиликаты (полевые шпаты, гидрослюды, слюды, каолинит, монтмориллонит и др.), кварц,

сульфиды (представлены в основном пиритом). Также встречаются разнообразные фосфаты, сульфаты, иногда галогениды, аморфный кремнезём и др. минералы. Незначительная часть аморфного кремнезема и карбонатов имеет органическое происхождение (остатки радиолярий, кальцитовая микрофауна, опаловые панцири диатомовых водорослей, псевдоморфозы кальцита по водорослям и другим организмам и др.)

В минеральной части горючих сланцев присутствует целый ряд редких и рассеянных элементов. Отдельные из них могут иметь промышленный интерес [6].

1.1.3 Органическое вещество сланцев

Содержание в горючих сланцах органического вещества (керогена) обычно составляет от 10-15 до 40-50 %. Иногда доля органического вещества может быть большей и достигать 60-80 %. При содержании органического вещества менее 5 % говорят о рассеянной форме его присутствия в породе [6].

Органическое вещество горючих сланцев в основной массе состоит из микрокомпонентов группы альгенита. В преобладающем большинстве в его составе в тех или иных количествах присутствуют микрокомпоненты группы витиринита, фюзинита, склероции [7].

Определение группового состава органического вещества состоит в фракционировании его на группы, обладающие достаточно характерными чертами различия. Выделяют следующие группы:

- битумоиды — компоненты, растворимые в нейтральных органических растворителях;
- гуминовые кислоты, растворимые в водных щелочах;
- остаточное нерастворимое органическое вещество

1.1.4 Характеристика гетероатомных компонентов органического вещества горючих сланцев

1.1.4.1 Серосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев

Серосодержащие структуры органического вещества горючих сланцев изучены мало. В горючих сланцах России (средняя сернистость 1,5 %, при добыче 1,6-1,8 %) отражается все многообразие типов сернистости, обнаруживаемых во всех мировых месторождениях твердых горючих ископаемых. По содержанию серы, горючие сланцы делятся на [8]:

- малосернистые ($< 1,5 \% S$),
- среднесернистые ($1,5 - 2,5 \% S$),
- сернистые ($2,5 - 4 \% S$),
- высокосернистые ($> 4 \% S$).

Известно, что в битумоидах, выделенных из горючих сланцев, сераорганические соединения представлены тиофеном и его производными, а также тиолами и сульфидами. Элементарная сера также присутствует в них в различных количествах. Распределение тиофенов по структурным типам и числу атомов С в молекуле изменяется в зависимости от стадии преобразования осадочного органического вещества. На ранних стадиях в битумоидах больше соединений C_{30} – бензо- и дибензотиофенов с длинными боковыми цепями (C_{18} и C_{20}), на более поздних – дибензотиофены с короткими боковыми цепями. Что касается нерастворимого органического вещества горючих сланцев, то содержание в нем сернистых соединений еще менее изучено.

1.1.4.2 Азотосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев

О составе азотистых соединений органического вещества горючих сланцев встречаются лишь отдельные сведения. Так есть некоторые данные по содержанию азотистых соединений в сланцевой смоле. В сланцевой смоле горючих сланцев месторождения Грин Ривер (США) азотистые соединения

составляют, приблизительно 10 % бензинолигроиновой фракции; 20 % легкого газойля; около 40 % тяжелого газойля [9]. В экстракте гудроновых оснований бензинолигроиновой фракции были идентифицированы 16 пиридинов. Количества соединений определялись по кривые перегонки; наиболее многочисленным был 2,4,6–триметилпиридин (I), за ним – 2,4–диметил– и 6–этилпиридин (II). Эти два соединения составляли, приблизительно три четверти пиридинов данной фракции. В бензинолигроиновой фракции были идентифицированы 2–метилпиррол (III), 2,3,4,5–тетраметилпиррол (IV) и 2,4,5–триметил–3–этилпиррол (V) (рисунок 1).

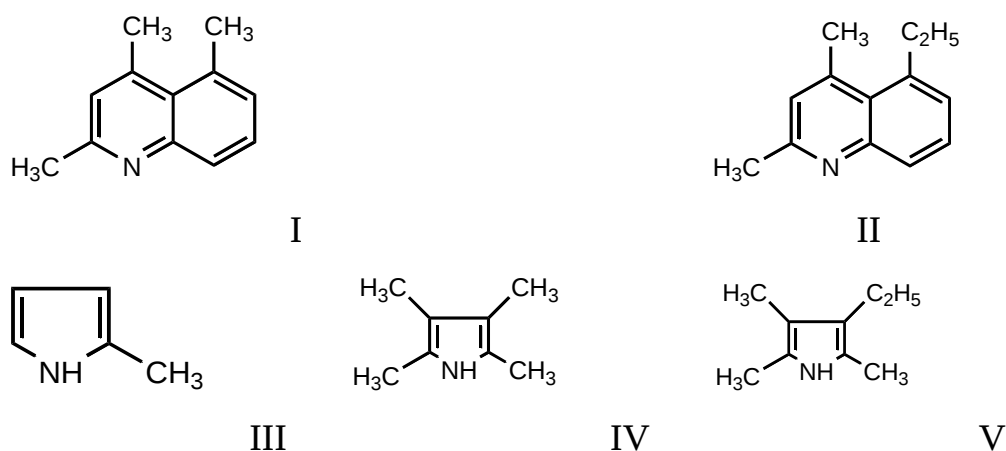


Рисунок 1 – I -2,4,6–триметилпиридин, II - 2,4–диметил– 6–этилпиридин, III - 2–метилпиррол, IV - 2,3,4,5–тетраметилпиррол, V - 2,4,5–триметил–3–этилпиррол

1.1.4.3 Кислородосодержащие компоненты органического вещества горючих сланцев

Среди кислородсодержащих компонентов органического вещества горючих сланцев наиболее изучены фенолы. Под термином «сланцевые фенолы» понимается большая группа веществ, характеризующихся наличием ионогенного водорода и объединяющая, по данным Ю. Лилле, 10-15 гомологических рядов фенолов, состоящих из 400-500 соединений с числом углеродных атомов от 7 до 23. Фенолы резко отличаются по свойствам от других компонентов сланцевой смолы благодаря своим слабокислотным свойствам и способности солей растворяться в воде, что позволяет довольно

легко выделять их из смолы или ее фракций. В настоящее время наиболее полно изучены фенолы легких фракций и, частично, средних фракций сланцевой смолы [10].

Низкокипящие фракции сланцевых фенолов содержат, в основном, алкилфенолы, фракции 260-300 °С – алкилрезорцины, высококипящие сланцевые фенолы представлены окси- и диоксипроизводными нафталина.

Кроме компонентов с фенольной функцией в смеси сланцевых фенолов всегда присутствуют так называемые «нейтральные кислородные соединения», представляющие собой легко окисляющиеся и термически нестабильные соединения преимущественно циклического строения, в которых надежно определены гидроксильная, карбонильная и, предположительно, эфирная группы. Характерным свойством сланцевых фенолов является неустойчивость их в процессах выделения и фракционирования. Установлено, что компонентный состав и глубина извлечения фенолов зависят от способа и режима получения смолы, способа извлечения фенолов и их дистилляции.

Фенолы, относимые к сланцевым, многофункциональны. Их химическая природа определяется наличием фенольных гидроксильных групп, а также реакционных центров в бензольном кольце. Исходя из атомности, их можно классифицировать [11]:

а) по числу реакционных центров – преимущественно бифункциональные (алкилрезорцины) с небольшим количеством моно- и трифункциональных (фенолы, нафтолы, флороглюцины);

б) по характеру взаимодействия – взаимодействующие однотипно;

в) по соотношению активностей – зависимые с различной активностью;

На основании вышеизложенного материала можно сделать вывод, что состав гетероароматических компонентов горючих сланцев до сих пор изучен очень слабо и требует дополнительных исследований. Так же на сегодняшний день степень изученности состава гетероароматических компонентов

продуктов термической переработки горючих сланцев, так называемых сланцевых смол, остается низкой.

1.2 Основные промышленные способы переработки твердых горючих ископаемых

Основными промышленными способами для переработки твердых горючих ископаемых являются: ожижение, газификация, коксование и полукоксование [12-16]

1.2.1 Коксование

В настоящее время наиболее распространенным способом термической переработки угля, является высокотемпературное коксование, основной целью которого является получения прочного кускового кокса используемого в процессе выплавки металла из железосодержащей руды, а также каменноугольная смола и коксовый газ.

Высокотемпературная каменноугольная смола представляет собой сложную смесь гетероароматических, а также полициклических ароматических углеводородов. Она является наилучшим сырьем в получении технического высококачественного углерода, нафталина, поглотительного масла и другого сырья для химической промышленности.

Коксование горючих сланцев, в основном, предназначено для получения коксового газа, но по причине весьма высокого содержания минеральных веществ имеет достаточно ограниченное применение

Сланцевый кокс, из-за высокого содержания минерального вещества, находит весьма ограниченное применение, например, в производстве шлаковой ваты и цемента [12-13].

1.2.2 Полукоксование

Главной целью низкотемпературного процесса термической переработки угля в отличие от высокотемпературного коксования, является получение обогащенного твердого остатка при высокой степени использования химического потенциала угля. Основными продуктами являются, кусковой полукокс применяемый в качестве бездымного обогащенного топлива для устройств бытового отопления, восстановитель из активного углерода для металлургической и химической промышленности, а также смола, являющаяся сырьем в производстве различных химических продуктов.

Органическое вещество горючего сланца в силу своей особенности в результате простой термической переработки при температурах 450-480 °С (зависит от природы горючего сланца) позволяет получить до 90% смолы и газа из органической части горючего сланца. При этом возможно получать не только высококачественное газообразное и жидкое котельное топливо, но и такие виды топлива, как дизельное, моторное, газотурбинное, а также ценные продукты и полупродукты химической промышленности. Возможно высвободить, или заменить соответственные ресурсы нефтяного сырья. Целевые химические продукты, получаемые на основе сланцевой смолы: размягчители для резины, антисептики для древесины, двухатомные фенолы для синтетических дубителей, крепитель для литейных стержней, клеевые смолы, бензол, толуол, электродный кокс, сольвент, модификаторы эпоксидных смол и др. [13].

1.2.3 Газификация

Газификация является процессом превращения органического вещества как угля, так и горючих сланцев в газообразные вещества. В большинстве случаев в процессе газификации твердых горючих ископаемых, углерод превращается в монооксид углерода, а водород в водяные пары.

Изначально процесс газификации разрабатывался для получения горючих газов из углей, которые применялись в качестве промышленного топлива в высокотемпературных процессах, а также бытового топлива.

Наиболее старые процессы газификации разрабатывались с целью получения из угля горючих газов, которые применялись как бытовое топливо и как промышленное топливо для различных высокотемпературных процессов. Твердые горючие ископаемые, прошедшие процесс газификации, имеют большой интерес для химической промышленности, так как получаемый синтез-газ является исходным сырьем в разнообразных органических синтезах [12].

Процесс газификации рассматривается в качестве одного из методов подготовки высокосернистых и низкосортных твердых горючих ископаемых к сжиганию на электростанциях.

1.2.4 Гидрогенизация

В отличие от процессов газификации и термической переработки деструктивная гидрогенизация является процессом прямого ожижения угля и сланцев в синтетическое жидкое топливо и сырье для химической промышленности. Органическая масса твердых горючих ископаемых в условиях высоких температур и давлений деполимеризуется с образованием большого числа разнообразных по структуре и свойствам фрагментов, которые стабилизируются водородом, используемым в процессах гидрогенизации, что и приводит к получению достаточно стабильных и облагороженных органических продуктов [14].

1.2.5 Экстракция

В результате обработки различными растворителями твердых горючих ископаемых, из минеральной матрицы извлекаются разнообразные органические вещества (битумы), состав, а также количество которых варьируется в зависимости от химической природы, как использованных растворителей, так и от свойств и состава экстрагируемых твердых горючих ископаемых.

При применении низкокипящих растворителей (температура кипения не выше 100 °С), имеется возможность экстрагировать компоненты органического вещества, без структурных изменений их состава, что очень важно в изучении химической структуры твердых горючих ископаемых.

Битумы преимущественно состоят из углеводородов, высокомолекулярных спиртов, эфиров, лактамов, кислот и их ангидридов и др.

Одним из возможных и перспективных методов переработки твердых горючих ископаемых может служить высокотемпературная экстракция под давлением, так как установлено, что температура, давление, плотность и вязкость растворителей в сверхкритическом состоянии оказывают большое влияние на их растворяющую способность. Изучение зависимости выхода экстрактов от природы растворителя, условий экспериментов и природы исходного сырья необходимо для выбора оптимальных условий при разработке соответствующих процессов [15].

1.2.5.1 Физико-химические основы процесса сверхкритической экстракции

В основе сверхкритической флюидной экстракции, лежит технологический процесс, базирующийся на уникальных способностях растворителей, в сверхкритическом состоянии, извлекать из различных твердых и пористых структур растворимые компоненты. Процессы тепло- и массопереноса, изменение теплофизических характеристик веществ (плотности, давления, температуры, вязкости, поверхностного натяжения и коэффициентов диффузии), насыщающих твердую пористую структуру, приводят к уникальным явлениям, особенно, когда эти вещества приближаются к критической точке жидкость-газ или газ-жидкость.

В критической точке высокотемпературной экстракции аномально резко изменяются как термодинамические, так и транспортные свойства системы, что, в свою очередь, приводит к качественным и количественным изменениям

характера и механизма течения растворителей в различных пористых средах [16].

Коэффициент межфазного натяжения определяет характер течения растворителя в пористых средах, следовательно, проблемой растворения и экстрагирования извлекаемых веществ в околокритических условиях, связана с необходимостью намного более углубленного понимания механизмов протекания и управляющего воздействия этого коэффициента.

Основная проблема процесса экстракции является подбор оптимального растворителя, обуславливающего эффективность всего технологического процесса, качество, безопасность и конкурентоспособность извлекаемого продукта.

1.2.5.2 Преимущества сверхкритических растворителей

В сверхкритических состояниях, растворители обладают более высоким коэффициентом диффузии, низким коэффициентом поверхностного натяжения, а также вязкости. Растворяющая способность растворителей, при варьировании температуры и давления, может изменяться в очень широком диапазоне, а также их можно очень легко регенерировать из растворов высокой летучести. Данные свойства, позволяют значительно изменять технологии большинства процессов переработки твердых горючих ископаемых, а также нефтехимических производств.

Авторы [16] рассматривают растворяющую способность как результат сильного межмолекулярного взаимодействия при создании плотной упаковки молекул растворителя вокруг молекулы растворенного вещества. Данный эффект непосредственно связан с плотностью жидкости. Все это свидетельствует о росте растворяющей способности сверхкритического флюида с увеличением, как давления, так и температуры. Если раствор в сверхкритическом состоянии, находящийся при постоянной температуре, подвергнуть декомпрессии до давления ниже 5 МПа, то растворяющая способность растворителя резко снизится. Растворенные компоненты будут

осаждаться в виде отдельной фазы, а растворитель - свободно отделяться благодаря высокой летучести, что позволит повторно использовать его в цикле. На этом принципе и основан процесс сверхкритической флюидной экстракции.

Таким образом, горючие сланцы занимают особое место среди всех известных твердых горючих ископаемых, поскольку представляют собой сложный органический и минеральный комплекс, условно состоящий от 15 до 60 % из органических веществ преимущественно сапропелевой природы.

Россия по разведанным запасам горючих сланцев занимает одно из лидирующих мест и имеет опыт в технологиях их переработки и применения.

Однако при условии имеющихся сведений о ценности сырьевых качеств горючего сланца, процессы их переработки в промышленности на данный момент не были реализованы.

С целью решения проблем эффективного использования исследуемого вида топлива необходимо более углубленно изучение его свойств, состава, а также реакционной способности.

Существующие на сегодняшний день технологии переработки твердых горючих ископаемых, достаточно энергозатратны, характеризуются относительно невысокой производительностью и низкой степенью конверсии органического вещества в жидкие продукты, что стимулирует поиск новых, высокоэффективных методов их переработки.

Поставленная в работе цель, исследование состава жидких продуктов неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях, представляется своевременной и актуальной.

2 Объект и методы исследования

2.1 Объект исследования

В качестве объектов исследования использовались пробы горючих сланцев Чим-Люптюгской площади, Яренгского сланценосного района, Тимано-Североуральского региона [17]. Месторождения данной площади характеризуются благоприятным географо-экономическим положением и горнотехническими условиями разработки, а также значительным ресурсным потенциалом.

Горючие сланцы прошли процесс неизотермического растворения в среде бензола при сверхкритических условиях. Процесс осуществляли на лабораторной полупроточной установке [18], с отбором экстрактов последовательно при температурах 200 (П-200), 300 (П-300) и 400 °С (П-400).

2.2 Методы анализа

2.2.1 Хроматографическое разделение образцов на компоненты

Для разделения смолисто-асфальтеновых и масляных веществ использовали стандартную методику, состоящую из ряда этапов и соответствующую ГОСТ 11858-66.

Навеску образца, взятую с точностью до 0,0001 г, разбавляли сорокакратным по объёму количеством растворителя – петролейного эфира и тщательно перемешивали. Для полного осаждения асфальтенов растворы оставляли стоять в темном месте на 1 сутки.

После этого полученные растворы фильтровали через стеклянные конические воронки с бумажным фильтром («синяя лента»), чтобы отделить асфальтены.

Асфальтены смывали с фильтра хлороформом. Растворитель отгоняли с помощью роторного вакуумного испарителя. Асфальтены переносили во

взвешенные стеклянные бюксы и ставили сушиться от остатков растворителя сначала при комнатной температуре, а затем при 50°C в вакуумном сушильном шкафу – до постоянной массы.

Параллельно проводили разделение мальтенов на смолы и масла методом жидкостно–адсорбционной хроматографии. Разделение проводили в стеклянных колонках, заполненных силикагелем. Соотношение массы навески к массе силикагеля 1:100

Масла отмывались смесью растворителей гексан - бензол в соотношении 7:3. А в случае смол использовалась смесь этилового спирта с бензолом в соотношении 1:1.

После окончания процесса отмывания масел и смол, отогнали растворитель из колб с помощью роторного вакуумного испарителя, и перенесли полученные вещества в предварительно взвешенные стеклянные бюксы.

Бюксы с полученными маслами и смолами ставили сушиться от остатков растворителя сначала при комнатной температуре, а затем при 50°C в вакуумном сушильном шкафу – до постоянной массы.

2.2.2 Инфракрасно спектроскопический анализ

Одним из современных методов исследования компонентов нефти и родственных природных объектов является инфракрасная (ИК) спектроскопия, с помощью которой можно решать задачи качественного и количественного анализа вещества и судить о строении молекул. Применение ИК-спектроскопии основано на том, что каждое индивидуальное органическое соединение обладает свойственным только ему спектром поглощения, являющимся его уникальной характеристикой.

Эффективность этого метода определяется следующими особенностями:

- Универсальность. Круг органических соединений, для которых применима ИК-спектроскопия, практически не ограничен.

- Большая чувствительность. Ничтожные примеси, не улавливаемые другими методами, можно обнаружить с помощью ИК-спектроскопии.

- Избирательность. Пользуясь, ИК-спектрами, имеющими узкие полосы, можно легко отличать спектры близких по строению молекул, иногда не различимых по другим физико-химическим свойствам.

- Характеристичность ИК-спектров. Средняя часть спектра (от 1500 до 700 см^{-1}) служит индивидуальной характеристикой вещества. Отдельные узкие части спектра, в длинноволновой области, характерны для различных структурных элементов молекулы (отдельных групп атомов или кратных связей), часто определяющих их химические свойства.

- Простота интерпретации. Колебательные спектры во многих случаях хорошо изучены и даже могут быть рассчитаны и предсказаны.

- Анализ с помощью ИК-спектроскопии требует малого количества вещества любой молекулярной массы в любом агрегатном состоянии. После анализа вещество сохраняется неизменным [19].

ИК - спектры регистрировали на FT-IR спектрометре «Nicolet 5700» в пленках, полученных из раствора CCl_4 , в диапазоне 4000-400 см^{-1} .

2.2.3 ^1H ЯМР (ПМР) спектроскопический анализ

Существенной ступенью исследования структурно-группового состава нефтяных компонентов и других каустобиолитов явилось использование в этих целях ЯМР-спектроскопии. Использование ядерного магнитного резонанса для структурного анализа органических соединений позволило накопить большой статистический материал о положении сигналов различных структурных групп на шкале химических сдвигов. Это дает возможность

достаточно обоснованно проводить отнесение различных структурных единиц не только для индивидуальных соединений, но и для сложных органических смесей, какими являются нефти и их фракции. Представленный на рисунке 1 спектр ^1H ЯМР (ПМР) типичный для легкокипящей фракции нефти может быть разделен на 4 области, обозначенные согласно установившейся традиции. Область А соответствует положению сигналов ароматических протонов. Область В соответствует положению сигналов при непредельных связях $\text{CH}_2=$, $-\text{CH}=$. Область α соответствует сигналам протонов $\text{CH}-$, CH_2- , CH_3 -групп, находящихся в α -положении к ароматическому ядру. Область β соответствует сигналам метиленовых и метиновых протонов в алкильных цепях и нафтеновых циклах, находящихся в более удаленных положениях, чем α , и метильных протонов в β -положении к ароматическому ядру, а область γ - сигналам протонов, более удаленных от ароматики метильных групп. Площади областей пропорциональны количеству протонов, дающих эти сигналы. Разделение площадей проводится по вертикалям, опускаемым из минимума спектральной кривой на основание (нулевую линию), или значениям интегральной кривой спектра [20].

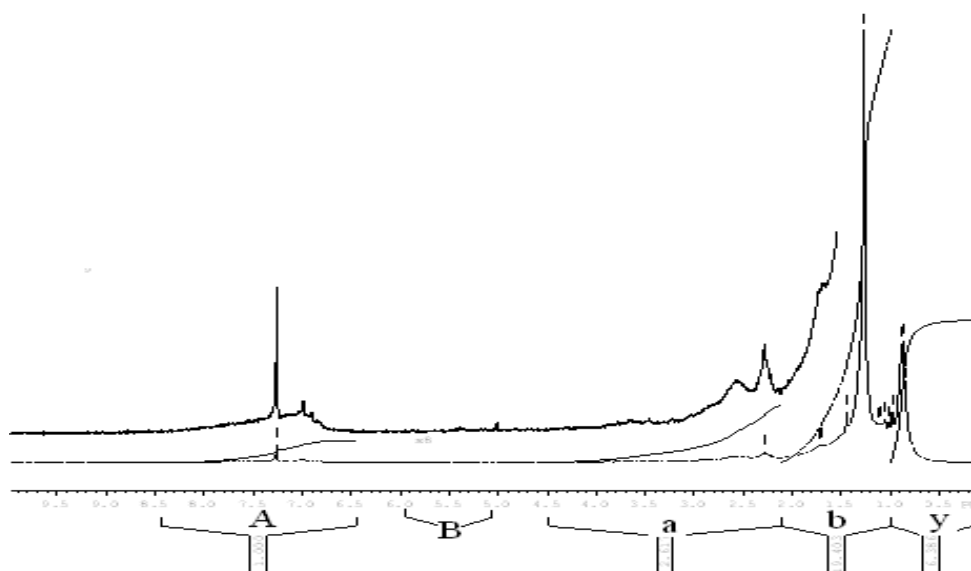


Рисунок 2 – Спектр ^1H ЯМР (ПМР) легкокипящей фракции нефти

Анализ исследуемых объектов проводили в лаборатории физико-химических методов исследования ИХН СО РАН на приборе ЯМР-Фурье-

спектрометр AVANCE AV 300 фирмы Bruker (Германия). Спектры сняты в растворах CDCl_3 , химические сдвиги приведены относительно тетраметилсилана (ТМС) при комнатной температуре.

2.2.4 Элементный анализ

Элементный состав исследуемых образцов определяли с использованием CHNS-анализатора «Vario EL Cube».

2.2.5 Метод криоскопического измерения молекулярных масс

Молекулярная масса — одна из важнейших физико-химических характеристик вещества. В случае смесей химических соединений, каковыми являются фракции нефти, она не теряет своего значения как аддитивно складывающаяся молекулярная масса отдельных компонентов.

В нефтяной практике наиболее широкое распространение получил криоскопический метод, основанный на измерении понижения температуры замерзания растворителя при добавлении к нему исследуемого вещества.

В данной работе исследование молекулярной массы образцов проводилась криоскопическим методом в бензоле. Определение молекулярной массы проводят в приборе Бекмана.

Сначала определяют температуру замерзания чистого бензола. Для этого в пробирку наливают 20—25 мл криоскопического бензола и вставляют мешалку и термометр так, чтобы шарик последнего находился в середине жидкости. Затем пробирку вместе с воздушной муфтой помещают в охлаждающую баню, в которую предварительно наливают холодную воду с несколькими кусочками льда (температура смеси поддерживается 2—3 °C).

Постоянно помешивая бензол, наблюдают по термометру за понижением температуры. Точку замерзания можно установить в момент образования твердой фазы по постоянству температуры.

Затем приступают к определению температуры замерзания растворов исследуемых фракций в бензоле. Готовят растворы различных концентраций — от 0,2 до 1 %.

Для каждого раствора определяют температуру замерзания точно так же, как и температуру замерзания чистого растворителя.

Относительную молекулярную массу рассчитывают по формуле:

$$M = 5,12 \cdot 1000 \frac{a}{B\Delta t};$$

где a — навеска исследуемой фракции, г; B - масса бензола, г; 5,12 — криоскопическая постоянная бензола; Δt — разность между температурами замерзания чистого бензола и раствора нефтепродукта в бензоле (депрессия).

2.2.6 Структурно-групповой анализ

Накопление данных об особенностях строения молекул нефтяных компонентов и родственных природных объектов позволило установить, что строение молекул различных классов подчиняется принципам структурного и генетического единства. Исходя из этих представлений, в ИХН СО РАН разработан метод интегрального структурного анализа тяжелых компонентов нефти, основу которого составляют сведения о молекулярных массах, элементном составе тяжелых компонентов и распределении протонов между различными фрагментами их молекул, установленном с помощью ЯМР ^1H -спектроскопии.

Расчет структурно-группового состава выделенных пиролизатов проводили по методике [21,22].

2.2.7 Хромато-масс спектрометрия

Состав масляных компонентов исследовали хромато-масс-спектрометрией с использованием DFS прибора «Thermo-scientific». Газовый

хроматограф с кварцевой капиллярной колонкой фирмы “Thermo Scientific” (внутренний диаметр 0.25 мм, длина 30 м, толщина фазы 0.25 мкм, неподвижная фаза – TR-5MS, газ-носитель – гелий). Температура испарителя – 250°C, интерфейса – 250°C. Программа нагрева термостата хроматографа: $T_{нач} = 80^{\circ}\text{C}$, изотерма в течение 2 мин, затем нагрев со скоростью 4 град/мин до $T_{макс} = 300^{\circ}\text{C}$. Метод ионизации – электронный удар, энергия ионизирующих электронов – 70 эВ; температура ионизационной камеры – 250°C; диапазон регистрируемых масс – 50–500 а.е.м., длительность развертки спектра – 1 с. Обработку полученных результатов проводили с помощью программы Xcalibur. Идентификацию соединений выполняли с использованием литературных данных [23-29] и компьютерной библиотеки масс-спектров NIST 02, насчитывающую более 163 тыс. наименований. Относительную распространенность каждого гомолога внутри определенного класса соединений оценивали, как отношение его содержания к суммарному содержанию всех гомологов этого класса.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
4ГМ4А	Мельников Ярослав Юрьевич

Институт	физики высоких технологий	Кафедра	биотехнологии и органической химии
Уровень образования	магистр	Направление	18.04.02 Химическая технология

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость НИ: материалов: 1320,29 р. Оборудование: 14 529,51 р. Зароботная плата: 21853,62
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Отчисления во внебюджетные фонды: 6633 р. Районный коэффициент: 1,3 Дополнительная зароботная плата: 2622,44 Накладные расходы: 19 588 р.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	С позиции финансовой и ресурсной эффективности проект является наиболее приемлемым и конкурентоспособным.
2. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	Составлен календарный план-график проведения НИ; Распланирован бюджет НИ. Построен график Ганта. Оценены риски проекта
3. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	Оценена эффективность разработки Рассчитаны коэффициенты: Интегральный финансовый показатель: 0,994 Показатель ресурсоэффективности: 4,85 Интегральный показатель эффективности: 4,88 Сравнительная эффективность: 1,22

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

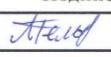
1. Сегментирование рынка
2. Оценка конкурентоспособности технических решений
3. Матрица SWOT
4. График проведения и бюджет НТИ
5. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НТИ
6. Потенциальные риски

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	10.02.16
--	----------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Меньшикова Е. В.	к.ф.н		10.02.2016

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4А	Мельников Ярослав Юрьевич		10.02.16

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Таблица 13 – Сегментирование рынка

	Химия горючих сланцев	Переработка горючих сланцев	Высокомолекулярные соединения горючих сланцев
Исследовательские центры университетов			
Научные центры			
Завод Сланцы			

Были определены рынки сегментирования: наиболее интересным представляется исследование химии горючих сланцев, т.к. уровень конкуренции на данном сегменте более низок.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Таблица 14 - Оценочная карта для сравнения конкурентных технических разработок

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность			
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
Скорость проведения эксперимента	0,1	4	4	3	0,4	0,4	0,3
Безопасность эксперимента	0,15	4	4	4	0,6	0,6	0,6
Техническая оснащенность проекта	0,18	5	5	5	0,9	0,9	0,9
Наличие реактивов	0,2	5	4	4	1	0,8	0,8
Экономические критерии оценки эффективности							
Конкурентоспособность	0,15	5	4	3	0,75	0,6	0,45
Финансирование научной разработки	0,11	5	3	5	0,55	0,33	0,55
Наличие сертификации разработки	0,11	5	4	5	0,55	0,44	0,55
Итого	1	33	28	29	4,75	4,07	4,15

Бк1 – метод экстракции; Бк2 – метод гидрогенизации

$4,75/4,15=1,14>1$, метод применяемый в данном проекте выгоден с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

4.1.3 FAST анализ

В рамках магистерской диссертации в качестве объекта FAST-анализа выступает объект исследования – горючие сланцы Тимано-Североуральского региона, прошедшие сверхкритическую флюидную экстракцию.

Таблица 15 - Классификация функций, выполняемых объектом исследования

Наименование процесса	Выполняемая функция	Ранг функции		
		Главная	Основная	Вспомогательная
Химическое и хроматографическое разделение	Разделение пиролизатов на компоненты и отдельные химические группы	X		
Жидкостно-адсорбционная хроматография	Разделение на полярную и неполярную фракции на силикагеле		X	
Сушка	Доведение до постоянной массы			X

Таблица 16 -Матрица смежности

	Функция 1	Функция 2	Функция 3
Функция 1	=	<	<
Функция 2	>	=	>
Функция 3	>	<	=

Таблица 17- Матрица количественных соотношений функций

	Функция 1	Функция 2	Функция 3	Итого	Значимость функции
Функция 1	1	0,5	0,5	2	0,23
Функция 2	1,5	1	1,5	4	0,44
Функция 3	1,5	0,5	1	3	0,33
0,5 при «<»; 1,5 при «>»; 1 при «=»				$\Sigma=9$	1

Таблица 18 - Определение стоимости функций, выполняемых объектом исследования

Процесс	Выполняемая функция	Трудоемкость, нормо-ч	Стоимость материала, р	Заработная плата, р	Себестоимость, р
Химическое и хроматографическое разделение	Разделение пиролизатов на компоненты и отдельные химические группы	6	1128,09	-	1128,09
ЖАХ	Разделение на полярную и неполярную фракции на силикагеле	16	192,2	-	192,2
Сушка	Доведение до постоянной массы	2	-	-	-

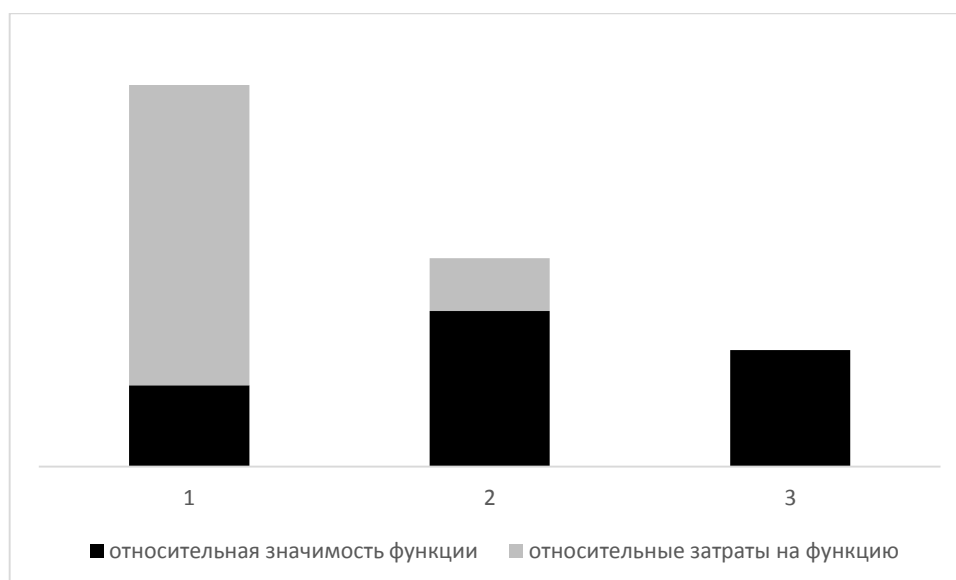


Рисунок 29 - Функционально-стоимостная диаграмма

Построенная функционально-стоимостная диаграмма позволяет выявить диспропорции между полезностью функций и затратами на них. Анализ приведенной выше ФСД показывает явное наличие рассогласования по всем трем функциям. Необходимо провести работы по ликвидации данных диспропорций.

В качестве конкретных шагов, которые необходимо предложить на данном этапе, должны выступать предложения, связанные с экономией за счет:

- применения принципиально новых конструкторских решений;
- совмещения функций в сборочных единицах и деталях;
- оптимизации протекаемых процессов;
- применения новых материалов

Результатом проведения FAST-анализа высокотехнологической и ресурсоэффективной разработки должно быть снижение затрат на единицу полезного эффекта, достигаемое путем:

- сокращения затрат при одновременном повышении потребительских свойств объекта;
- повышения качества при сохранении уровня затрат;
- уменьшения затрат при сохранении уровня качества;
- сокращения затрат при обоснованном снижении технических параметров до их функционально необходимого уровня;
- повышения качества при некотором, экономически оправданном увеличении затрат.

4.1.4 SWOT анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта.

Таблица 19 - Матрица SWOT

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии. С2. Экологичность технологии. С3. Уникальность научного исследования С4. Наличие бюджетного финансирования. С5. Квалифицированный персонал.	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Дефицит необходимых реактивов. Сл2. Отсутствие необходимого оборудования для проведения научной работы.
--	---	---

Продолжение таблицы 19

Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ИХН СО РАН. В2. Опубликование научного исследования в научных журналах. В3. Повышение стоимости конкурентных исследований	1. изучение состава жидких продуктов неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях.	1. Приобретение необходимых реактивов для проведения эксперимента возможно за счет сотрудничества с другими лабораториями. 2. Опубликование научной разработки дает возможность получения дополнительного финансирования.
Угрозы: У1. Отсутствие необходимых реагентов для проведения экспериментов У2. Введения дополнительных государственных требований к сертификации исследований У3. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	1. Повышение конкурентоспособности за счет государственного финансирования и получения новых данных об исследуемых образцах	1. Доработка методики проведения химической деструкции смол и асфальтенов по ее конкурентным преимуществам.

4.1.5 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Таблица 20 - Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

Наименование	Степень проработанности и научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
Определен имеющийся научно-технический задел	5	4
Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического Задела	4	4
Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	5
Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	5	5
Определены авторы и осуществлена охрана их прав	4	4
Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	5	5
Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	4	4
Определены пути продвижения научной разработки на рынок	4	3
Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	4	4
Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	3	3

Продолжение таблицы 20

Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	4	3
Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	4	3
Имеется команда для коммерциализации научной разработки	5	5
Проработан механизм реализации научного проекта	5	5
ИТОГО БАЛЛОВ	61	57

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i$$

$B_{\text{сум}}=57$, перспективность исследования, выше среднего.

4.1.6 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

Исходя из специфики исследования следует, что для коммерциализации подходит метод передачи интеллектуальной собственности в уставной капитал предприятия. Поскольку полученная в ходе исследования информации о составе и строении компонентов, необходима для решения проблем, связанных с формированием состава образца горючего сланца, разработкой и совершенствованием технологий их добычи и переработки. Данная информация будет полезна для создания на базе данного исследования предприятий по переработке горючих сланцев.

4.2 Инициация проекта

4.2.1 Цели и результат проекта

Таблица 21 - Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
НИ ТПУ	Защита магистерской диссертации

СО РАН Институт химии нефти	Выполнение проекта, предоставление полной информации по выполненной работе
-----------------------------	--

Таблица 22 - Цели и результат проекта

Цели проекта:	Изучение состава жидких продуктов неизотермического растворения образца горючего сланца в среде бензола при сверхкритических условиях.
Ожидаемые результаты проекта:	Характеристика особенностей строения компонентов образца горючего сланца, оценка эффективности проекта.
Критерии приемки результата проекта:	Наличие проведенных анализов (ИКС, ХМС) и их расшифровка
Требования к результату проекта:	Полностью завершен эксперимент
	Имеются все данные по исследованию
	Приведены расчеты, анализы, методики исследования

4.2.2 Организационная структура проекта

Таблица 23 - Рабочая группа проекта

ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо- затраты, час.
Коваленко Е. Ю. СО РАН Институт химии нефти ЛГОСН к.х.н., научный сотрудник	Руководит ель проекта	Ответственность за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирование деятельности участников проекта.	120
Мельников Я. Ю. НИ ТПУ магистр	Исполните ль	Проведение необходимых исследований и экспериментов	536

Продолжение таблицы 23

Рябова Н.В СО РАН Институт химии нефти ЛФХМИ	Субподряд чик	Проведение ИК-спектроскопии	8
СО РАН Институт химии нефти	Субподряд чик	Проведение ГХ-МС анализа	8
ИТОГО:			672

4.2.3 Ограничения и допущения проекта.

Таблица 24 - Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
Бюджет проекта	66 546,86
Источник финансирования	Федеральный бюджет
Сроки проекта:	2014-2016 гг
Дата утверждения плана управления проектом	10.02.2016
Дата завершения проекта	15.06.2016
Прочие ограничения и допущения	Использование некоторых типов реактивов

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом

4.3.1 План проекта

Таблица 25 - Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работ	Исполнители	T _{кi} , кал, дн.	Продолжительность работ											
			Я	Фев			Март			Апр				
			3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
Составление и утверждение технического задания	Руководитель практики	4												
Подбор и изучение материалов по теме	Студент-дипломник	10												
Проведение патентных исследований	Студент-дипломник	10												
Выбор направления исследований	Руководитель практики, студент-дипломник	5												
Календарное планирование работ по теме	Руководитель практики	2												

Продолжение таблицы 25

[illegible]

Руководитель практики	Студент дипломник	Инженер

4.3.2 Бюджет научного исследования

Таблица 26 - Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, (З _м), руб.
Бензол	л	0,8	350	280
Гексан	л	0,52	705	366,6
Диэтиловый эфир	л	0,06	935	56,1
Литийалюминия гидрид	кг	0,0003866	108 554	41,96
Петролейный эфир	л	0,52	235	122,2
ТГФ	л	0,1	716	71,6
Хлороформ	л	0,0158	296	4,67
BBr ₃	л	0,0024	54 700	131,28
NaOH	г	0,12	88,5	10,62
Na ₂ SO ₄	г	0,1	58	5,8
SiO ₂ (АСК)	г	0,182	1060	192,92
HCl	л	0,008	67	0,54
Этанол	л	0,2	180	36
Итого: 1320,29				

Таблица 27 - Расчет бюджета затрат на приобретение спецоборудования для научных работ

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1	Колба круглодонная со шлифом, 250 мл	4	139	556
2	Колба плоскодонная, 250 мл	4	60	240
3	Колба трехгорлая	1	98	98
4	Стакан мерный	6	107	642
5	Цилиндр мерный	2	581	116
6	Колонка хроматографическая	2	472	944
7	Пипетка	2	5	10
8	Холодильник обратный	1	430	430
9	Хлоркальциевая трубка	1	96	96
10	Капельная воронка с противодавлением	1	1699	1699
11	Мешалка магнитная	2	4 968	4 968
12	Стеклянная палочка	1	11	11
13	Индикаторная бумага	1	157	157
14	Плитка электрическая	2	399	798
15	Муфельная печь	1	14,41	14,41
16	Аппарат Сокслета	1	418	418
17	Делительная воронка	1	472	472
18	FTIR-спектрометр NICOLET 5700	1	1302,1	1302,1
19	DFS прибор«Thermo Scientific»	1	1558	1558
				Итого 14 529,51

Амортизация:

$$A_{\text{мес}} = \Phi_{\text{перв}} N_a / 100\%;$$

где $A_{\text{мес}}$ – амортизационные отчисления за месяц, $\Phi_{\text{перв}}$ - первоначальная стоимость оборудования, N_a – норма амортизации.

Муфельная печь (срок полезного использования 10 лет):

$$A_{\text{ден}} = (25\,937 * (1/120) * 100/100) / 30 = 7,205 \text{ р.} \quad \text{За 2 дня: } 7,205 * 2 = 14,41 \text{ р.}$$

FTIR-спектрометр NICOLET 5700 (срок полезного использования 8 лет)

$$A_{\text{мес}} = (3\,750\,000 * (1/96) * 100/100) / 30 = 1302,1 \text{ р.}$$

DFS прибор«Thermo Scientific» (срок полезного использования 8 лет)

$$A_{\text{мес}}=(4\,486\,944*(1/96)*100/100)/30=1558 \text{ р.}$$

4.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

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

Где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб; M – количество месяцев работы без отпуска в течении года: $M=11,2$ месяца, 5 дневная неделя; $F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно технического персонала, рабочих дней (таблица 28)

Таблица 28 - Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней:		
- выходные дни	118	118
- праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени:		
- отпуск	42	28
- невыходы по болезни	0	0
Действительный годовой фонд рабочего времени	191	205

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}}=Z_{\text{б}} k_{\text{р}};$$

Где $Z_{\text{б}}$ – базовый оклад, руб.

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (Для Томска)

Руководитель:

$$Z_{\text{м}}=17\,000*1,3=22\,100 \text{ руб.}; \quad Z_{\text{дн}}=(22\,100*11,2)/191=1295,92 \text{ руб.}$$

Инженер:

$$Z_{\text{м}}=17\,000*1,3=22\,100 \text{ руб.}; \quad Z_{\text{дн}}=(22\,100*11,2)/205=1207,41 \text{ руб.}$$

Таблица 29- Расчёт основной заработной платы

Исполнители	$Z_{\text{б}}$, руб.	$k_{\text{р}}$	$Z_{\text{м}}$, руб	$Z_{\text{дн}}$, руб.	$T_{\text{р}}$, раб. дн.	$Z_{\text{осн}}$, руб.
Руководитель	17 000	1,3	22 100	1295,92	15	19 438,8
Инженера	17 000	1,3	22 100	1207,41	2	2414,82

4.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды

~~$Z = k \cdot Z_{осн}$~~

Таблица 30 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель проекта	19 438,8	2332,66
Инженер	2 414,82	289,78
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,271	
Итого: 6633		

4.3.5 Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

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

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

$$C_{\text{накл}} = 0,8 \cdot (19\,438,8 + 2332,66 + 2414,82 + 289,78) = 19\,588 \text{ р.}$$

Расчет плановой себестоимости

Таблица 31 - Группировка затрат по статьям

	Статьи						
Вид работ	Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов),	Специальное оборудование для экспериментальных работ	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
Теоретическое ознакомление и подбор материала по теме работы	0	0	16 846,96	2021,66	5113,4	15 094,9	39 076,92
Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов	1320,29	11 669,41	0	0	0	0	12 989,7
Проведение анализов	0	2860,1	2414,82	289,78	732,95	2163,68	8461,33
Оценка эффективности полученных результатов	0	0	0	0	0	0	0
Определение целесообразности проведения ОКР	0	0	2591,84	311	786,67	2322,27	6011,78

4.3.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы «Особенности состава продуктов сверхкритической флюидной экстракции бензолом горючего сланца» является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции.

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект по каждому варианту исполнения приведен в таблице 32.

Таблица 32 - Расчет бюджета затрат НТИ

Наименование статьи	Сумма, руб.		
	Исп.1	Исп.2	Исп.3
1. Материальные затраты НТИ	1320,29		
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	14529,51	14 923,51	15 425,51
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	21853,62	21853,62	21853,62
4. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	2622,44	2622,44	2622,44
5. Отчисления во внебюджетные фонды	6633	6633	6633
6. Затраты на научные и производственные командировки	-	-	-
7. Контрагентские расходы	-	-	-
8. Накладные расходы	19 588	19 588	19 588
9. Бюджет затрат НТИ	66 546,86	66 940,86	67 442,86

Таблица 33 - Реестр рисков

Риск	Потенциальное воздействие	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска*	Способы смягчения риска	Условия наступления
Протекание колонки	негативное	4	5	высокий	Постоянно следить за установкой	Скорость элюирования высока
Попадание инородных объектов в образец в процессе сушки	негативное	1	2	низкий	Помещать в сушильный шкаф; Держать рабочее место в порядке	Загрязненное рабочее пространство

4.3.7 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

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

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования (см. таблицу 32). Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}} = \frac{\Phi_i}{\Phi_{\text{max}}},$$

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

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

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

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

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i,$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i^a, b_i^p – балльная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Таблица 34 - Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Исп.1	Исп.2	Исп.3
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,1	4	5	4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,15	5	5	4
3. Помехоустойчивость	0,15	3	4	3
4. Энергосбережение	0,20	4	5	3
5. Надежность	0,25	4	5	3
6. Материалоемкость	0,15	4	5	4
ИТОГО	1			

$$I_{p-исп1}=4 \times 0,1 + 5 \times 0,15 + 3 \times 0,15 + 4 \times 0,2 + 4 \times 0,25 + 4 \times 0,15 = 4;$$

$$I_{p-исп2}=5 \times 0,1 + 5 \times 0,15 + 4 \times 0,15 + 5 \times 0,2 + 5 \times 0,25 + 5 \times 0,15 = 4,85;$$

$$I_{p-исп3}=4 \times 0,1 + 4 \times 0,15 + 3 \times 0,15 + 3 \times 0,2 + 3 \times 0,25 + 3 \times 0,15 = 3,25$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ($I_{испi}$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп1} = \frac{I_{p-исп1}}{I_{фин1}}, I_{исп2} = \frac{I_{p-исп2}}{I_{фин2}} \text{ и т.д.}$$

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

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{исп1}}{I_{исп2}}$$

Таблица 35 - Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Исп.1	Исп.2	Исп.3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,994	0,987
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4	4,85	3,25
3	Интегральный показатель эффективности	4	4,88	3,29
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	1,22	0,82

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволил выбрать эффективный вариант (Исполнение 2) решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

Список публикаций

- 1) Я. Ю. Мельников, Е. Ю. Коваленко, Т. А. Сагаченко, Ю. Ф. Патраков. Состав жидких продуктов сверхкритической флюидной экстракции горючего сланца Чим-Люптюгского месторождения// Химия твердого топлива. – 2016. - №2. – С. 34-37
- 2) Я. Ю. Мельников Е. Ю.Коваленко. Характеристика высокомолекулярных гетероатомных компонентов Жидких продуктов сверхкритической флюидной экстракции горючего сланца Чим-Люптюгского месторождения // XX Международный научный симпозиум «Проблемы геологии и освоения недр», Томск 2016
- 3) Я. Ю. Мельников. Характеристика жидких продуктов термического растворения горючего сланца Чим-Люптюгской площади бензолом в сверхкритических условиях // Материалы: XVI Международная научно-практическая конференция студентов и молодых ученых «Химия и химическая технология XXI» Томск 2015. С. 61-62