

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

Исследовательская школа химических и биомедицинских технологий
Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Оптимизация синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетата

УДК 678.02:53

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ИШХБМТ	Ляпков Алексей Алексеевич	к.х.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Якимова Татьяна Борисовна	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД, ШБИП	Романова Светлана Владимировна	-		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП 18.04.01 Химическая технология	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Пестряков Алексей Николаевич	д.х.н.		

Томск – 2021 г.

**Планируемые результаты освоения ООП
«Перспективные химические и биомедицинские технологии»**

Код компетенции	Наименование компетенции
Общекультурные (универсальные) компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языках (-ах), для академического и профессионального взаимодействия
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способен определить и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-1	Готовность к коммуникации в устной и письменной формах на русском и иностранном языках для решения задач профессиональной деятельности;
ОПК(У)-2	Готовность руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия;
ОПК(У)-3	Способность к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов в соответствии с направлением и профилем подготовки
ОПК(У)-4	Готовность к использованию методов математического моделирования материалов и технологических процессов, к теоретическому анализу и экспериментальной проверке теоретических гипотез;
ОПК(У)-5	Готовность к защите объектов интеллектуальной собственности и коммерциализации прав на объекты интеллектуальной собственности
Профессиональные компетенции выпускников	
ПК(У)-1	Способность организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую работу, разрабатывать планы и программы проведения научных исследований и технических разработок, разрабатывать задания для исполнителей
ПК(У)-2	Готовность к поиску, обработке, анализу и систематизации научно-технической информации по теме исследования, выбору методик и средств решения задачи
ПК(У)-3	Способность использовать современные приборы и методики, организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты
ПК(У)-18	Способность и готовность к созданию новых экспериментальных установок для проведения лабораторных практикумов
ПК(У)-19	Готовность к разработке учебно-методической документации для реализации образовательных программ
ДПК(У)-1	Готовность к созданию химических соединений, материалов и изделий биомедицинского назначения и (или) их физико-химического анализа с учетом требований охраны здоровья и безопасности труда, защиты окружающей среды.

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

Исследовательская школа химических и биомедицинских технологий
 Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология

18.04.01 Химическая технология

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

_____ А.Н. Пестряков
 15.03.2021 г.

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
9ДМ91	Чекменёвой Дарье Вячеславовне

Тема работы:

Оптимизация синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетата	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№ 35-23/с от 04.02.2021 г.

Срок сдачи студентом выполненной работы:

11.06.2021 г.

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объект исследования – мономер 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетат и условия его синтеза.</p>
<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов,</i></p>	<p>Аналитический обзор литературы Объекты и метод исследования Экспериментальные результаты и их обсуждение Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение Социальная ответственность Заключение по работе</p>

<i>подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	Презентация
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
Социальная ответственность	Романова Светлана Владимировна, старший преподаватель ООД, ШБИП
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Якимова Татьяна Борисовна, к.э.н., доцент ОСГН
Раздел ВКР на иностранном языке	Кобзева Надежда Александровна, к.п.н., доцент ОИЯ
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
1 Литературный обзор	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	15.03.2021 г.
---	---------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ИШХБМТ	Ляпков Алексей Алексеевич	к.х.н.		15.03.2021 г.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна		15.03.2021 г.

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

Исследовательская школа химических и биомедицинских технологий
Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология
Уровень образования магистратура
Период выполнения весенний семестр 2020/2021 учебного года

Форма представления работы:

магистерская диссертация

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

Срок сдачи студентом выполненной работы: 11.06.2021 г.

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
22.03.2021 г.	Разработка раздела «Введение»	10
05.04.2021 г.	Разработка раздела «Литературный обзор»	10
19.04.2021 г.	Разработка раздела «Экспериментальная часть»	10
10.05.2021 г.	Разработка разделов «Результаты проведенного исследования (разработки)».	10
24.05.2021 г.	Разработка разделов «Социальная ответственность» и «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	10
04.06.2021 г.	Оформление ВКР	10
16.06.2021 г.	Представление ВКР	40

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ИШХБМТ	Ляпков Алексей Алексеевич	к.х.н.		15.03.2021

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП 18.04.01 Химическая технология	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Пестряков Алексей Николаевич	д.х.н.		15.03.2021

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна

Школа	ИШХБМТ	Отделение (НОЦ)	-
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	18.04.01 Химическая технология

Тема ВКР:

Оптимизация синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетата	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Объект исследования – 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетат Прибор – хромато-масс-спектрометр «Хроматэк-Кристалл 5000» Методика – синтез и исследование 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид- N-метил ацетата Рабочая зона – лабораторное помещение ТПУ. Область применения – медицина, химическая промышленность.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – «Трудовой кодекс Российской Федерации» от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 09.03.2021) – ГОСТ 12.0.004-90. «Организация обучения безопасности труда». – ПНДФ 12.13.1-03. «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)».
<p>2. Производственная безопасность:</p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p><u>Вредные факторы:</u></p> <ul style="list-style-type: none"> – Отклонение показателей микроклимата; – Повышенный уровень шума; – Недостаточная освещенность рабочей зоны; – Повышенная температура поверхностей оборудования, материалов. <p><u>Опасные факторы:</u></p> <ul style="list-style-type: none"> – Химическое воздействие на организм человека.
<p>3. Экологическая безопасность:</p>	<ul style="list-style-type: none"> – На атмосферу негативное влияние не выявлено; – Для гидросферы представляют опасность необезвреженные жидкие органические и неорганические отходы; – Для литосферы представляют опасность неправильно утилизированные твердые химические отходы, содержащие опасные вещества.

4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные ЧС: – Возгорание оборудования; – Ухудшение состояния исследователя; – Утечка газов (гелия, водорода);
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	15.03.2021

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД, ШБИП	Романова Светлана Владимировна	-		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна		

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

Студенту:

Группа	ФИО
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна

Школа	ИШХБМТ	Отделение (НОЦ)	-
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	18.04.01 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 материалов и оборудования; - квалификация исполнителей; - трудоёмкость работы.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	- районный коэффициент- 1,3; - накладные расходы – 16%; - норма амортизации 10%.
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	- страховые взносы во внебюджетные фонды 30,2%.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	Анализ конкурентных технических решений, оценка готовности проекта к коммерциализации, проведение SWOT-анализа
2. Разработка устава научно-технического проекта	Определение целей и результатов проекта, организационной структуры проекта
3. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	Формирование плана и графика проекта: - определение структуры работ; - определение трудоемкости работ; - разработка диаграммы Ганта. Формирование бюджета затрат проекта.
4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	Расчет показателей сравнительной эффективности проекта

Перечень графического материала:

1. Оценка конкурентоспособности научно-исследовательской работы (НИР)
2. Матрица SWOT
3. Диаграмма Ганта
4. Бюджет НИР
5. Оценка эффективности НИР

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику 15.03.2021

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Якимова Татьяна Борисовна	к.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
9ДМ91	Чекменёва Дарья Вячеславовна		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит с., рис., табл., источника, 2 прил.

Ключевые слова: норборнен, 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетат, метатезисная полимеризация, оптимизация, механосинтез, хроматография, спектроскопия, синтез, выход продукта, побочные продукты, конверсия.

Объектом исследования является органическое соединение 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метил ацетат, а также условия его синтеза.

Цель работы – оптимизация условий синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимида N-метил ацетата.

В процессе исследования проводился литературный обзор, выполнялись серии экспериментов получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимида N-метил ацетата жидкофазным и твердофазным способами, осуществлялся качественный анализ полученного химического соединения, проведена ROMP-полимеризация мономера.

В результате исследования сделаны выводы о способах оптимизации жидкофазного способа получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимида N-метил ацетата, установлена возможность получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимида N-метил ацетата механосинтезом, подтверждена пригодность синтезированного мономера для получения полимера.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: чистота, выход целевого продукта, время, температура синтеза, внешний вид мономера и полимера.

Область применения: технология производства полимеров на основе производных норборнена.

Экономическая эффективность/значимость работы: приведенные рекомендации по оптимизации синтеза позволят снизить энерго- и ресурсозатраты.

Оглавление

Введение.....	5
1 Литературный обзор	5
1.1 Способы получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата .	5
1.1.1 Жидкофазный синтез.....	5
1.1.2 Механосинтез	7
1.2 ROMP-полимеризация.....	10
1.3 Применение полимеров на основе норборнена	20
2 Экспериментальная часть.....	22
2.1 Объект исследования	22
2.2 Материалы и реактивы	22
2.3 Синтез в растворителе	24
2.4 Механосинтез	26
2.5 Полимеризация мономера.....	27
2.6 Методы исследований	28
2.6.1 Тонкослойная хроматография (ТСХ)	28
2.6.2 Хромато-масс-спектрометрия (ГХ-МС).....	29
2.6.3 Инфракрасная спектроскопия (ИК-спектроскопия).....	31
2.6.4 Ядерный магнитный резонанс (ЯМР).....	33
2.6.5 Термогравиметрический анализ (ТГА)	35
3 Обсуждение результатов исследования.....	36
3.1 Синтез в растворителе	36
3.2 Механосинтез	41
3.3 Полимеризация 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-метилацетата	45
5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..	50
5.1 Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ.....	50
5.1.1 Анализ конкурентных технических решений.....	50
5.1.2 SWOT-анализ	51
5.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации	52

5.1.4 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования	53
5.2 Инициация проекта	54
5.2.1 Цели и результат проекта.....	54
5.3 Планирование научно-исследовательских работ	55
5.3.1 Структура работ в рамках научного исследования.....	55
5.3.2 Определение трудоемкости выполнения работ.....	56
5.4 Бюджет научного исследования.....	60
5.4.1 Материальные затраты НИР	60
5.4.2 Затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ	61
5.4.3 Основная заработная плата исполнителей	62
5.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей	64
5.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды и накладные расходы	64
5.5 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой и экономической эффективности исследования.....	65
5.5.1 Оценка сравнительной эффективности исследования.....	65
6 Социальная ответственность	68
6.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	68
6.2 Производственная безопасность	69
6.2.1 Отклонение показателей микроклимата.....	70
6.2.2 Повышенный уровень шума	72
6.2.3 Недостаточная освещенность рабочей зоны.....	73
6.2.3.1 Расчет искусственного освещения	73
6.2.4 Повышенная температура поверхностей оборудования	76
6.2.5 Химическое воздействие на организм человека.....	76
6.3 Экологическая безопасность.....	78
6.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	79
Заключение	81
Список публикаций.....	82

Список литературы	84
Приложение А	94
Приложение Б Результаты хромато-масс-спектрометрии	108

Введение

5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетат является производным 5-норборнен-2,3-дикарбоновой кислоты, представляет собой N-замещенный имид. Используется преимущественно в качестве промежуточного соединения в метатезисной полимеризации с раскрытием цикла (ROMP-полимеризации) [1].

Кислородсодержащие мономеры на основе норборнена играют значимую роль в качестве промежуточных соединений при получении биологически активных и фармацевтических веществ. Полимеры на основе норборнендикарбоксимидов обладают высокой теплостойкостью, превосходной оптической прозрачностью, эффективными пленкообразующими характеристиками, низким поглощением влаги и высокими механическими свойствами [2, 3].

Актуальность проведения исследовательской работы: для обеспечения вышеприведенных свойств полимеров требуется использование мономеров высокого качества. Высокое качество вещества обусловлено большим выходом, малым количеством побочных соединений и малостадийностью процесса его получения. В этом заключается оптимизация процесса синтеза мономера.

Перед выполнением исследовательской работы были поставлены следующие задачи:

- 1) Поиск и изучение литературы по теме;
- 2) Изучение оборудования, методик расчета, контроля и анализа;
- 3) Проведение синтезов 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата и исследование влияния различных факторов на состав и выход продуктов, анализ свойств полученных материалов.

1 Литературный обзор

1.1 Способы получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата

1.1.1 Жидкофазный синтез

В настоящее время соединения на основе норборнендикарбоксимидов представляют большой исследовательский интерес в качестве мономеров в получении полимеров с желаемыми свойствами [3].

Реакция получения мономера в растворителе может протекать по нескольким направлениям (рисунок 1). Один из способов заключается в проведении реакции между малеиновым ангидридом (3) и аминокусной кислотой (4). Продукт дегидратации (6) взаимодействует с метиловым спиртом с образованием метилацетата N-малеимида (7), последний вступает в реакцию с циклопентадиеном, образуя 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетат [4].

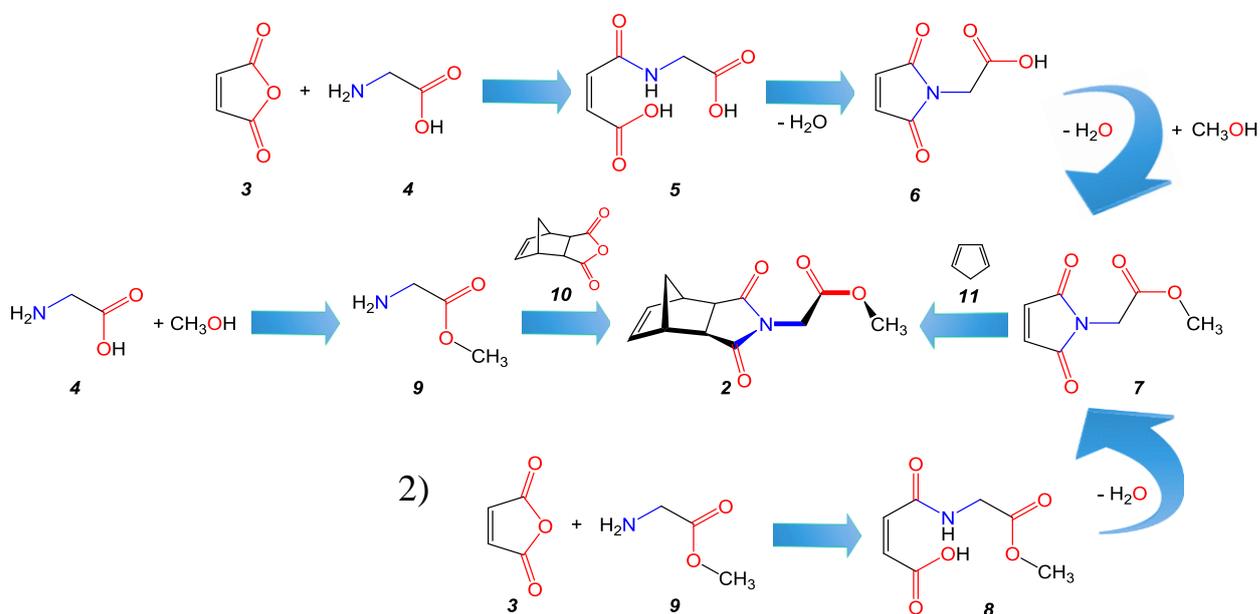


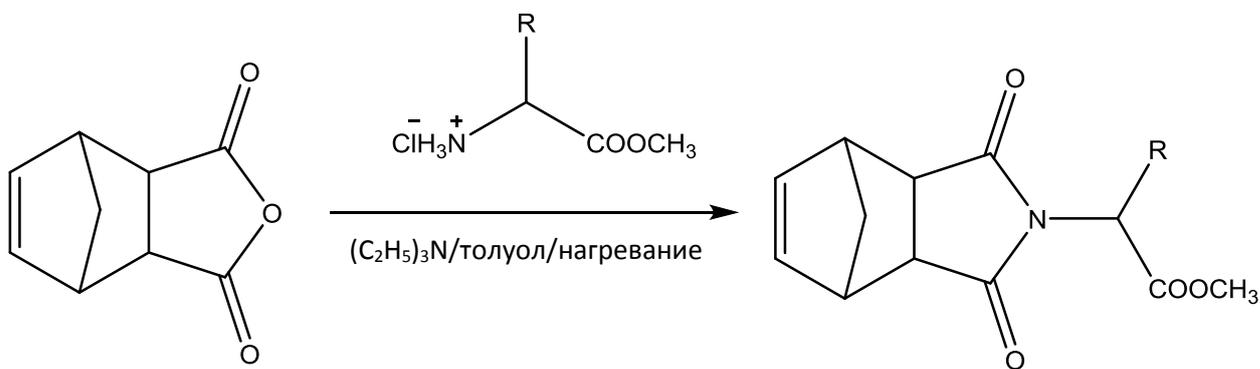
Рисунок 1 – Способы получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата [4]

Другой способ предполагает взаимодействие малеинового ангидрида (3) с аминоксесомом (9), продукт реакции последующей дегидратации реагирует с циклопентадиеном (11) с образованием 5-норборнен-2,3-дикарбосимид-N-метил ацетата (2) [4].

В данной работе был проведен синтез мономера 5-норборнен-2,3-дикарбосимид-N-метилацетата (2) реакцией между эндиновым ангидридом (10) и гидроксидом метилового эфира аминоксесомной кислоты (9) в присутствии триэтиламина [4, 5].

Согласно методике получения рассматриваемого мономера, описанной в [5], триэтиламин позволяет создать условия, в которых исключается проблема рацемизации (преобразование одного энантиомера в смесь энантиомеров) мономера. К такому выводу пришли авторы методики синтеза мономера после проведения кинетических исследований при постоянной температуре синтеза (температуре кипения толуола), но разных концентрациях триэтиламина.

Было установлено, что проведение синтеза в условиях комнатной температуры сопровождается образованием амидокислотной соли, обработка которой метиловым спиртом и соляной кислотой приводит к образованию 5-норборнен-2,3-дикарбосимид-N-метилацетата. В то же время проведение аналогичной реакции при повышенной температуре является одностадийным процессом, не требующим последующей обработки продукта синтеза химическими реагентами. Схемы реакций представлены на рисунке 2 [5].



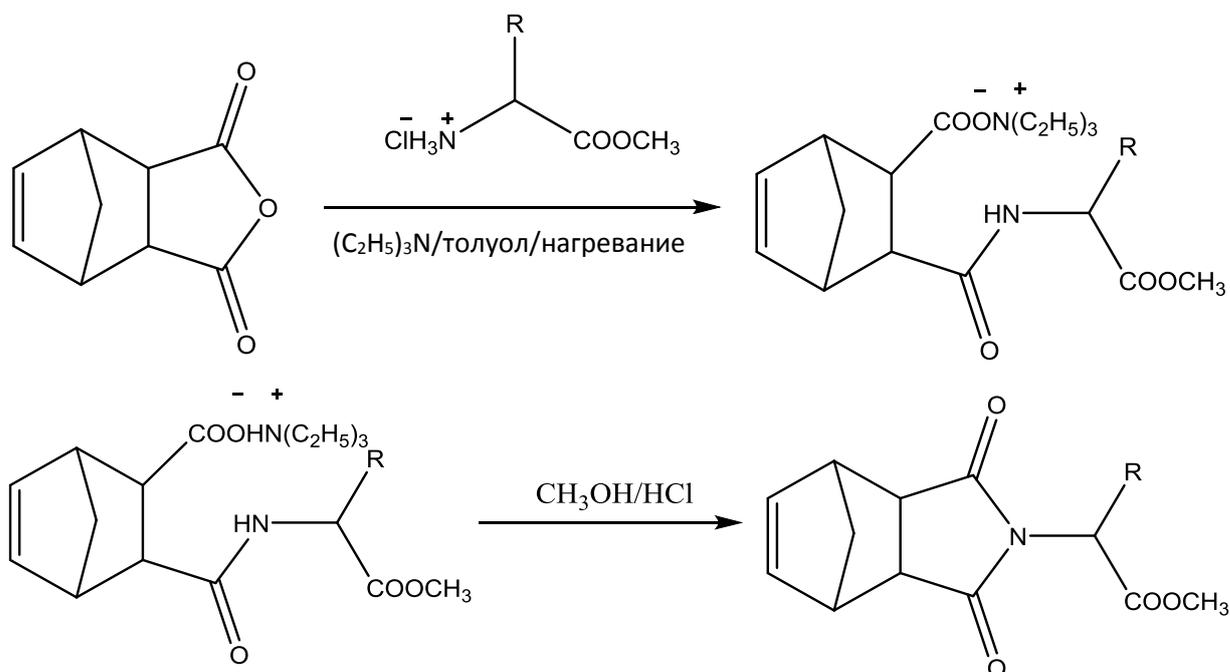


Рисунок 2 – Схемы реакции получения производных норборнена [5] при повышенной температуре (а) и при комнатной температуре (б)

Первый и второй способы получения мономера (рисунок 1) характеризуются большим количеством стадий получения требуемого мономера, а значит, им присущи большие по сравнению с третьим способом потери основного продукта. Реагенты в третьем варианте синтеза выпускаются в виде товарной готовой химической продукции, таким образом, проведение синтеза имида карбоновой кислоты возможно в одну стадию с использованием уже готовых реагентов.

1.1.2 Механосинтез

Механосинтез – старая технология измельчения твердых частиц, в ходе которой химическая реакция осуществляется за счет механической силы перемешивания и нагрева. Особенностью механосинтеза является минимальное использование растворителя или его полное отсутствие [6, 7].

Изучение механического воздействия на органические соединения началось с анализа механодеструкции высокомолекулярных соединений

(полиметилметакрилата, полистирола, полиакрилонитрила). Было доказано, что механическая активация приводит к разрыву межатомных связей с образованием свободных радикалов, разрыхлению структуры химического соединения, что, в свою очередь, становится предпосылкой для образования новых функциональных групп продукта [8, 9].

- **Преимущества механосинтеза**

Сущность механической активации, как альтернативного способа интенсификации твердофазной реакции, заключается в механическом воздействии на реакционную смесь (оно регулируется условиями: энергией воздействия, длительностью, температурой обработки), за счет которого увеличивается число контактов между реагентами и площадь контактов. Сдвиговые напряжения, которые возникают между частицами, обуславливают удаление образующегося продукта из приконтактной области. Кроме того, сдвиговые напряжения способствуют возобновлению непосредственного взаимодействия между реагентами, в результате чего происходит переход из диффузионной в кинетическую область. Допускается модифицирование механохимической реакционной среды добавлением небольшого количества жидкости, то есть проведение «жидкостного шлифования» [8, 10].

Механосинтез считается альтернативным методом получения химических веществ, зачастую не требующим высоких температур и давления. Другими преимуществами являются высокий выход продукта и его чистота. Замена традиционного жидкофазного метода на механический синтез, не требующий присутствия растворителя, является перспективным направлением в органической химии, в том числе в малотоннажном органическом синтезе в том числе [7, 8].

Успешность применения данного метода иллюстрируют фармацевтические производства, например, получение бензоата натрия и салицилата натрия. Стандартные технологии получения данных веществ предполагают использование водного или спиртового раствора, время

получения целевых продуктов составляет 60-70 часов. Использование механохимической технологии позволяет сократить время до 5-8 часов, уменьшить количество стадий получения целевого продукта, а также улучшить качество синтезируемого вещества [8].

Механосинтез приводит к уменьшению количества побочных реакций и лучшей конверсии исходных веществ. Во многих случаях лучшую конверсию можно связать с устранением побочных продуктов и летучих реагентов при проведении реакции при повышенных температурах. Отсутствие какого-либо растворителя или наличие ограниченного количества растворителя - еще одно преимущество такого подхода и оправдывает этот метод как экологичную с точки зрения «зеленой химии» альтернативу обычному синтезу химических веществ [11].

С помощью исследований влияния на твердые мономеры сдвиговых деформаций при высоких давлениях было доказано образование высокомолекулярных соединений. Проведенные научными исследователями эксперименты показали, что данным способом возможно синтезировать полимеры из соединений с одной или двумя двойными связями, из соединений с тройной связью, гетероциклических или ароматических соединений. Изначально механосинтезом проводили «прививку» мономеров к полимерам [9, 11].

Методики механосинтеза исследуемого имида (5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-ацетат) на данный момент не составлено, поэтому крайне важно установить возможность получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид-N-ацетата без использования растворителя путем механического смешивания исходных реагентов.

- **Недостатки механосинтеза**

Одним из недостатков твердофазного синтеза является низкая скорость процесса, обусловленная малой площадью контакта между твердыми реагентами и не всегда равномерным их смешением [8].

Методы интенсификации твердофазных процессов: увеличение температуры реакции и периодическое перетиравание реакционной смеси в ходе процесса не всегда возможны и удобны, так как эти методы могут послужить причиной нежелательных превращений продукта, поэтому данный метод не подходит для получения термочувствительных веществ [8].

Дополнительным неудобством проведения механосинтеза в случае обработки в шаровых планетарных мельницах служит загрязнение продукта мелкой фракцией материала шариков, которая появляется в результате интенсивного перемешивания смеси и, как следствие, истирания шариков.

1.2 ROMP-полимеризация

Метатезис олефинов – ценный инструмент в органической и полимерной химии, так как позволяет создавать материалы высокого качества, стабильные в течение длительного периода времени.

В настоящее время появился большой интерес к метатезисной полимеризации с раскрытием цикла (ROMP полимеризации) производных норборнена (рисунок 3), содержащих функциональные группы, с целью получения полимерных структур с привлекательными свойствами [12].

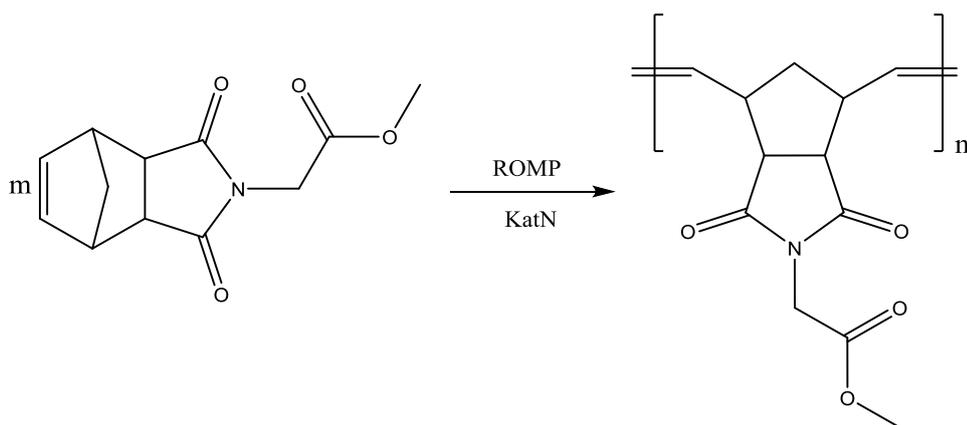


Рисунок 3 – Схема полимеризации 5-норборнен-2,3-дикарбосимида N-метил ацетата

Процесс метатезисной полимеризации с раскрытием цикла – один из видов реакции метатезиса олефинов. В ходе данного процесса циклоалкены полимеризуются с образованием линейных полимеров под действием карбеновых комплексов. В качестве мономеров применяются напряженные циклические системы, такие как норборнен и его производные, которые в результате полимеризации часто приводят к получению стереорегулярных и монодисперсных полимеров и сополимеров [13].

В ROMP полимеризации именно термодинамические параметры определяют способность циклических олефинов полимеризоваться [13]:

$$G = -R \cdot T \cdot \ln K_{\text{равн}} = \Delta H - T \cdot \Delta S$$

Движущей силой полимеризации является энтальпийный фактор (ΔH), поскольку в результате полимеризации циклических алкенов происходит раскрытие напряженного цикла.

При деформации валентного угла в 3-х, 4-х и 8-ми членных кольцах, а также в бициклических мономерах, таких как норборнен, высвобождается энергия, используемая для протекания полимеризации. Характерная напряженность циклических мономеров определяет сдвиг равновесия в сторону образования линейных полимеров. В связи с сопоставимыми значениями энтальпии и энтропии ($\Delta H - T \cdot \Delta S \approx 0$), 5, 6 и 7-ми членные циклические мономеры могут полимеризоваться при определенной температуре, выше которой полимеризация циклических алкенов не осуществляется [14].

Метатезисная полимеризация с раскрытием цикла в большинстве случаев считается живой полимеризацией, так как отвечает ее критериям (автором терминов «живая полимеризация» и «живой полимер» является Шварц после его работы по анионной полимеризации в 1956 году). Данный вид полимеризации приводит к образованию полимеров с контролируемой молекулярной массой, при этом полидисперсность остается низкой [15, 16].

Живая полимеризация протекает без «передачи или обрыва цепи» [17] и позволяет получить полимеры с узким молекулярно-массовым

распределением, характеризующимся определенным значением индекса полидисперсности образца:

$$PDI = M_w/M_n,$$

где PDI – индекс полидисперсности образца,

M_w – среднemasсовая молекулярная масса,

M_n – среднечисловая молекулярная масса.

Молекулярная масса полимера, полученного живой полимеризацией, прямо пропорциональна количеству мономера, превращенного в полимер, по причине того, что все концы полимерных цепей эффективно растут с одинаковой скоростью. В случае, когда скорость инициирования больше скорости роста цепи, образуются полимеры с низкой полидисперсностью, а также блок-сополимеры [18, 19].

Метатезисная полимеризация с раскрытием цикла протекает по классическому механизму, ее основное отличие заключается во второй стадии, так как в большинстве случаев она необратима. Процесс полимеризации с раскрытием цикла представляется как процесс полимеризации с ростом цепи, который содержит три стадии: инициирование, рост и обрыв цепи (рисунок 4) [20].

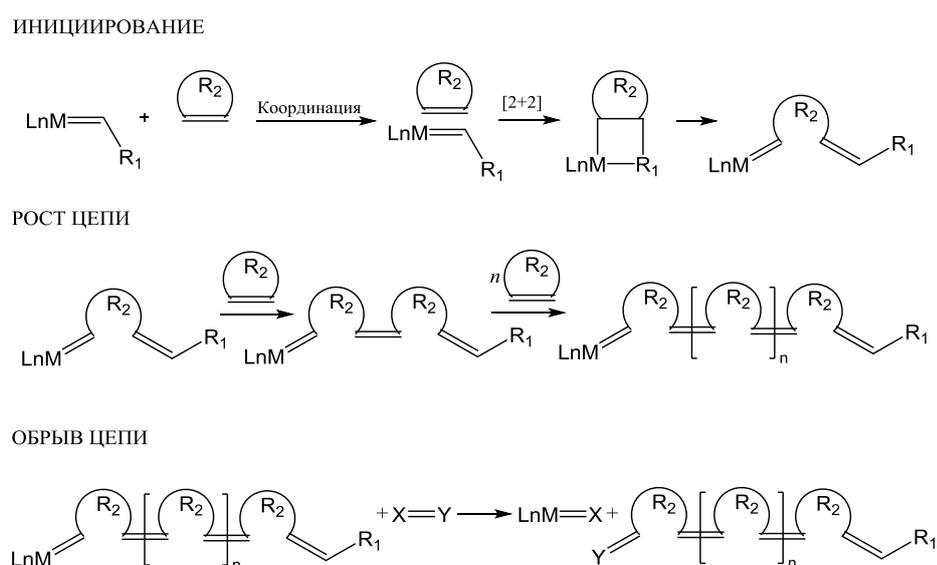


Рисунок 4 – Стадии процесса полимеризации [20]

Процесс иницирования начинается с координации алкилидена переходного металла к циклоалкену. Протекание [2+2]-циклоприсоединение приводит к образованию промежуточного металлциклобутана. Эффективное открытие промежуточного комплекса дает новый алкилиден металла, который присоединяет к себе молекулы мономера и сохраняет реакционную способность по отношению к другим молекулам мономера.

В результате стадия роста цепи представлена серией аналогичных этапов до завершения процесса полимеризации. Завершение полимеризации происходит по причине израсходования мономера, либо намеренным обрывом реакции с помощью специальных химических агентов. В ROMP реакция может быть остановлена введением реагента, который может использоваться для селективного удаления комплекса переходного металла с концов полимерной цепи или для введения функциональной группы.

Катализаторы метатезисной полимеризации

Важную роль в процессе метатезиса играет катализатор. В 1960-х годах в метатезисной полимеризации с раскрытием цикла применялись каталитические системы, представляющие собой смеси различных соединений, содержащие хлориды переходных металлов (рисунок 5) [21-23].

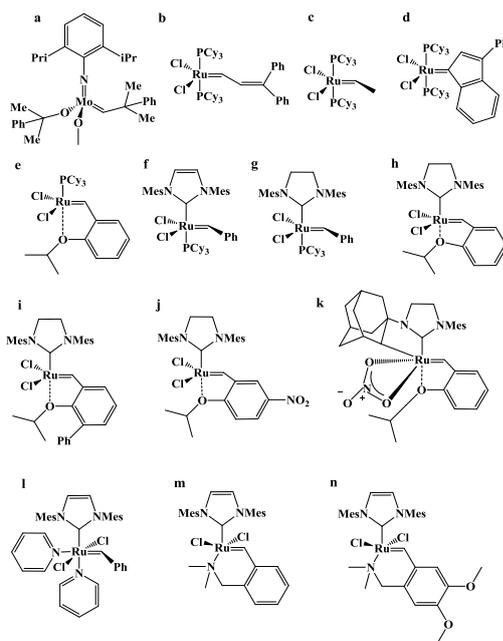


Рисунок 5 – Некоторые катализаторы метатезиса олефинов [21-23]

Позже группой Ричарда Шрока были разработаны катализаторы на основе молибдена и вольфрама, позволяющие осуществлять “живую” метатезисную полимеризацию с раскрытием цикла для синтеза полимеров с определенной молекулярной массой (рисунок 6) [12].

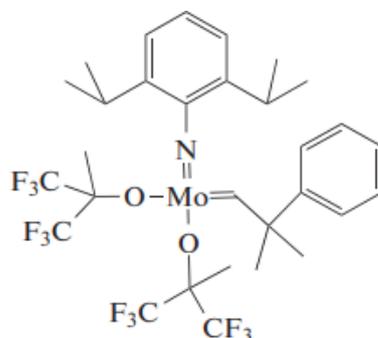


Рисунок 6 – Структурная формула катализатора Шрока [12]

Катализаторы Шрока показали высокую активность в ROMP-полимеризации замещенных норборненов, норборнадиенов, циклооктадиенов и циклооктатренов с различными функциональными группами. Однако практическое применение данных катализаторов было ограничено ввиду их чувствительности к влаге и кислороду воздуха [12].

Более толерантные к функциональным группам мономера катализаторы были предложены Робертом Граббсом. Катализаторы Граббса первого поколения характеризовались небольшим сроком службы и более низкой активностью по сравнению с катализаторами Шрока. Катализаторами первого поколения – карбеновые комплексы, содержащие в структуре два фосфиновых лиганда (рисунок 7) [24].

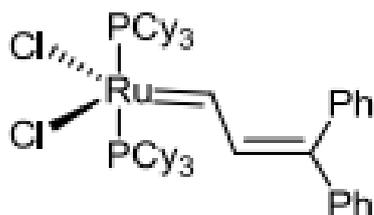


Рисунок 7 – Структурная формула катализатора Граббса первого поколения

Катализаторы Граббса второго поколения – карбеновый комплекс рутения, в котором один фосфиновый лиганд замещен на N-гетероциклический карбен (NHC). Гетероциклические карбены являются легко генерируемыми и стабильными частицами (рисунок 8) [24].

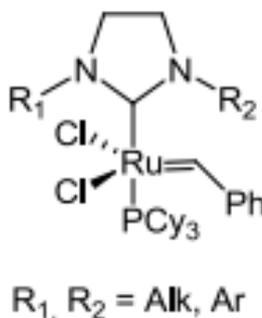


Рисунок 8 – Структурная формула катализатора Граббса второго поколения

Катализаторы Ховейда-Граббса, в частности, бесфосфиновые рутениевые комплексы с наличием в структуре NHC-лиганда и хелатного цикла обладают латентными свойствами. Такое свойство катализаторов метатезиса считается особо ценным при метатезисной полимеризации циклических диенов при полимеризации в массе. Катализаторы с латентными свойствами при обычных условиях инертны и активируются воздействием какого-либо химического или физического фактора. Это позволяет равномерно распределить катализатор в мономере до начала полимеризации. Создание катализаторов с термически контролируемой каталитической активностью внесло большой вклад в развитие полимерной химии напряженных циклоолефинов, в частности дициклопентадиена (ДЦПД), и позволило получать полидициклопентадиен с хорошими физико-механическими характеристиками [24-26].

Рутений широко используется в качестве комплексообразующего металла благодаря его отличной устойчивости к функциональным группам (таблица 1) [24].

Таблица 1 – Изменение реакционной активности катализаторов метатезиса в зависимости от используемого переходного металла [24]

Титан	Вольфрам	Молибден	Рутений	Реакционная активность
Кислоты	Кислоты	Кислоты	Олефины	↑ увеличивается
Спирт, вода	Спирт, вода	Спирт, вода	Кислоты	
Альдегиды	Альдегиды	Альдегиды	Спирт, вода	
Кетоны	Кетоны	Олефины	Альдегиды	
Эфиры, амиды	Олефины	Кетоны	Кетоны	
Олефины	Эфиры, амиды	Эфиры, амиды	Эфиры, амиды	

Индекс полидисперсности зависит от условий протекания полимеризации, строения мономера, катализатора. С развитием катализаторов на основе рутения полимеризация с раскрытием цикла стала широко применима в органической и полимерной химии. Метатезисная полимеризация с раскрытием цикла используется для синтеза полимеров, имеющих микроструктуры с определенной двойной связью (цис/транс), конфигурацией мономера (голова к голове, голова к хвосту и т.д.) и тактичностью (изотактический, синдиотактический и атактический) [27-29], где каждый параметр может определять свойство, и, следовательно, назначение полимера. Например, высокое содержание цис-двойных связей обуславливает более низкую скорость кристаллизации, низкую температуру стеклования и низкую температуру плавления продукта. Конфигурация C=C связей в полимере, также, как и PDI, зависит от различных факторов, в том числе от природы используемого мономера [27], катализатора, температуры и растворителя [30-31].

Классификация полимеров, получаемых ROMP-полимеризацией

Полимеры, полученные метатезисной полимеризацией с раскрытием цикла, разделяют на группы [32]:

1) Линейные гомополимеры – полимеры, состоящие из одного повторяющегося звена (мономера).

2) Блок-сополимеры – полимеры, состоящие из более чем одного мономера, при этом полимерные сегменты одного мономера присоединены линейно к полимерным сегментам другого мономера. Чаще всего блок-сополимеры представлены диблочными сополимерами, когда мономер А вступает в полимеризацию, после происходит полимеризация мономера В. Дополнительно может быть введен мономер С с его последовательной полимеризацией, или может быть осуществлена снова полимеризация мономера А. Постоянная повторяющаяся полимеризация одного мономера А, а затем другого мономера В может дать сополимеры с чередующимися сегментами $(A)_n$ и $(B)_n$ [32].

3) «Случайные» сополимеры могут быть получены путем предварительного смешивания мономеров перед добавлением катализатора. У случайных сополимеров просто не было движущей силы разделенных, сильно гидрофобных и гидрофильных концентраций для самостоятельной сборки. В отличие от блочной полимеризации, случайные сополимеры состоят из двух и более разных мономеров, но их порядок является статистическим, а не определяется порядком добавления [32].

4) «Чередующиеся» сополимеры получают посредством повторяющейся полимеризации двух разных мономеров поочередно [32].

5) Диблоки и триблоки – многоблочные полимерные сети являются логическим продолжением гомополимера, так как представляют собой два или более гомополимера, связанных линейно между собой [32].

6) «Привитые» полимеры образуются тремя возможными способами: предварительно сформованный полимер присоединяется к боковой цепи другого полимера в процессе прививки; макромономер, несущий полимерную боковую цепь, полимеризуется в процессе прививки или полимерный каркас имеет боковые цепи, функционализированные с помощью катализатора или другой инициатор полимеризации, из которого происходит полимеризация в процессе прививки.

Полинорборнен

Одним из первых коммерческих полимеров метатезиса был полинорборнен, который был выпущен на рынок в 1976 году во Франции, а в 1978 году в США и Японии под торговым наименованием Norsorex. Данный материал представляет собой термопластичный материал с температурой плавления от 170 до 205 °С и отличается способностью сочетаться с большим количеством наполнителя или пластифицирующего масла.

Полимер получили ROMP-полимеризацией 2-норборнена (бицикло [2.2.1] -2-гептен) (рисунок 9).

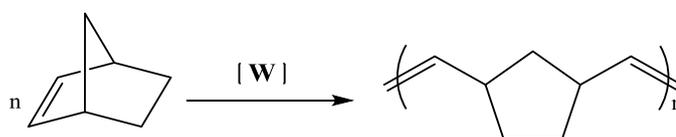


Рисунок 9 – Полимеризация 2-норборнена

2-норборнен является продуктом реакции Дильса – Альдера между циклопентадиеном и этиленом. В процессе использовали раствор катализатора RuCl_3/HCl в бутаноле. В результате получается материал с чрезвычайно высокой молекулярной массой ($> 3000000 \text{ г} \cdot \text{моль}^{-1}$). Высокомолекулярная и ненасыщенная микроструктура придают материалу высокую прочность, эластомерные и термопластичные свойства. Данные свойства являются основной причиной использования Norsorex в шумо- и звукопоглощающих материалах [33].

Благодаря своей низкой полярности и высокой молекулярной массе Norsorex может поглощать углеводороды, в 10 раз превышающие его сухой вес, образуя гель с разумными механическими свойствами. Соответственно, он нашел свое применение для ликвидации разливов нефти [33-34].

Кроме того, углеводородные пластификаторы могут быть добавлены для получения рабочих композиций, содержащих > 400 частей на 100 частей пластификатора, что позволяет получать полинорборненовые композиции с

T_g до $-60\text{ }^\circ\text{C}$. Этот универсальный продукт продается венской компанией Astrotech [33]. В последнее время наиболее часто используемыми мономерами на основе норборнена являются N-замещенные норборнены дикарбосимида [35-37].

Как и все мономеры, эфиры норборнендикарбоновой кислоты, полученные по реакции Дильса-Адлера, существуют в нескольких изомерных конфигурациях. В зависимости от условий синтеза и реагирующих веществ, соотношение изомерных форм в продукте различно. Известно, что сложные эфиры норборнендикарбоновой кислоты в экзо-форме более реакционноспособны, чем эндо- изомеры. Помимо отношения изомерных форм (экзо- и эндо-) к каталитической активности, на структуру и свойства полимеров влияют природа и структура функциональных заместителей. Гибкие алкильные группы не только снижают температуру стеклования полимеров, но также значительно снижают значения твердости, поэтому большое количество научных работ направлено на изучение влияния различных заместителей на свойства полимеров [38-44].

Известно несколько возможных механизмов активации, согласно источнику [41] молекулы олефинов взаимодействуют с активным рутением по диссоциативному механизму (рисунок 10) [45-48].

Рутениевый комплекс может инициировать полимеризацию после предварительной активации. Активация рутениевого комплекса – это первая добавка мономера [45-48].

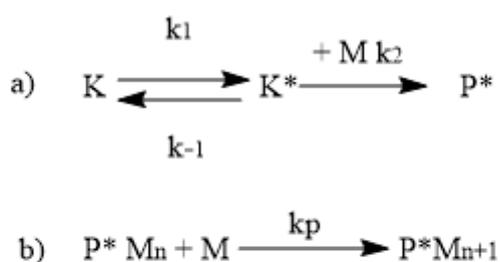


Рисунок 10 – Инициирование (а) и развитие (б) стадии полимеризации [41]

1.3 Применение полимеров на основе норборнена

Большое количество работ посвящено моно- и би-функциональным норборненам [49-54]. Одними из самых распространенных заместителей являются простые и сложноэфирные группы [55-57].

- Производство композиционных материалов

В зависимости от строения заместителя атома азота в структуре дикарбоксимида полимеры на их основе используются для получения биоразлагаемых терморезистивных полимеров, клеев, материалов для оптических изделий, сополимеров с другими мономерами различного назначения. Полимерные материалы на основе норборнена используются в получении полимерных матриц для изготовления композиционных материалов на основе стеклотканей [58-63].

- Производство микрокапсул для направленной доставки лекарств

Производные норборнена используются в фармакологии: заживляющий агент помещается внутрь микрокапсул из полимерного или композиционного материала, которые имеют свойство самовосстановления при механическом повреждении. Происходит это посредством инициирования процесса ROMP полимеризации комплексами рутения [64].

- Производство синтетических лекарственных средств

Полинорборнен может выступать в качестве полимерного лекарственного средства, которое проявляет фармакологическую активность, в частности, как препарат с противомикробной активностью, связывающийся с бактериальной поверхностью и вызывая повреждение мембраны бактериальных клеток [65]. В последнее время интерес представляют имитаторы антибактериальных пептидов. Например, полигуанидиний оксанорборнен (PGON) – полимер, синтезируемый из мономеров норборнена метатезисной полимеризацией с раскрытием цикла. Данный полимер обладает сильными антибактериальными свойствами в отношении грамм-положительных и грамм-отрицательных бактерий. По результатам испытаний PGON способен убивать бактериальные клетки, а не только

подавлять их бактериологическую активность [66, 67].

- Производство экологически чистых материалов

Большое значение имеет получение терморезистивных смол, термопластов и биокмозитов – экологически чистых материалов. Такие материалы, в частности, биопластики, полученные из растительных масел, могут заменить материалы на нефтяной основе. Согласно литературному источнику [68] мономеры на основе касторового масла, функционализированные норборненилом, в результате ROMP-полимеризации с использованием катализатора Граббса 2-го поколения приводит к образованию резиноподобных и жестких пластиков на основе биовозобновляемых материалов с плотностями сшивки в диапазоне от 318 до 6028 моль/м³. Повышенная плотность сшивки приводит к более короткому времени гелеобразования, лучшему включению мономеров в полимерную сетку. Повышенная плотность сшивки улучшает термические свойства, включая температуру стеклования и модуль упругости при комнатной температуре.

РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

Целью данного раздела является определение перспективности и успешности НИР. Для этого необходимо сформировать концепцию работы, найти возможные альтернативы проведения исследования, спланировать научно-исследовательскую работу, оценить коммерческий потенциал НИР с позиции ресурсосбережения и ресурсоэффективности.

5.1 Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ

5.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Под оптимизацией синтеза химического вещества понимают достижение максимального результата (выхода продукта) при минимизации используемых ресурсов (уменьшении количества стадий процесса, сокращении количества исходных реактивов и реагентов).

В таблице 6 представлено сравнение двух возможных способов получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата: жидкофазного (индекс «ж») и механического (индекс «м»).

Таблица 6 – Оценочная карта сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _ж	Б _м	К _ж	К _м
1	2	3	4	5	6
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Энергоэкономичность	0,07	4	4	0,28	0,28
2. Уровень шума	0,07	4	3	0,28	0,21
3. Безопасность	0,15	4	5	0,60	0,75
4. Простота эксплуатации установки	0,15	3	5	0,45	0,75
5. Время синтеза	0,2	5	2	1,00	0,40
Экономические критерии оценки эффективности					
1. Конкурентоспособность продукта	0,08	5	3	0,40	0,24
2. Цена	0,2	3	1	0,60	0,20
3. Уровень проникновения на рынок	0,08	5	2	0,40	0,16
Итого	1	33	25	4,01	2,99

Расчет конкурентоспособности определяется по формуле 5.1.1:

$$K = \sum B_i \cdot \text{Б}_i \quad (5.1.1)$$

где K – конкурентоспособность проекта;
 B_i – вес показателя (в долях единицы);
 Б_i – балл показателя.

На основе проведенного анализа конкурентных технических решений можно сделать вывод, что более конкурентоспособным является жидкофазный способ получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата.

5.1.2 SWOT-анализ

SWOT-анализ представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. Применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Анализ проводится в 3 этапа: в ходе первого определяются сильные и слабые стороны НИР, а также возможности и угрозы в ходе ее реализации. Второй этап выявляет характер взаимодействия сильных и слабых сторон проекта с внешними условиями окружающей среды. Третий этап заключается в составлении обобщающей таблицы, отражающей корреляцию обозначенных выше факторов анализа.

Таблица 7 – SWOT анализ

	<p>Сильные стороны НИР: С1. Высокая чистота целевого продукта. С2. Одностадийность процесса получения мономера. С3. Высокий выход мономера.</p>	<p>Слабые стороны НИР: Сл1. Использование токсичных веществ. Сл2. Долговременный процесс очистки мономера. Сл3. Высокая температура синтеза.</p>
<p>Возможности: В1. Сокращение времени синтеза. В2. Замена используемого прекурсора на менее токсичный растворитель. В3. Создание технологии получения мономера.</p>	<p>Увеличение спроса на получаемый продукт, наращивание объемов технологического производства как мономера, так и получаемого на его основе полимера.</p>	<p>Поиск более энергоэффективных и энергоресурсных способов оптимизации условий синтеза.</p>

Продолжение таблицы 7

<p>Угрозы: У1. Потери мономера при оптимизации синтеза. У2. Появление альтернативных способов получения мономера.</p>	<p>Разработка конкурентоспособного метода</p>	<p>Большие затраты ресурсов замедляют развитие НИР</p>
--	---	--

Из таблицы 7 следует, что рассматриваемая НИР является конкурентоспособной и имеет хорошие перспективы развития.

5.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения. Для этого необходимо заполнить специальную форму, содержащую показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенций разработчика научного проекта (таблица 8).

Таблица 8 – Оценка степени готовности НИР к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1	Определен имеющийся научно-технический задел	4	4
2	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	4	4
3	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	5
4	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	4	4
5	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	4
6	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	3	3
7	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	3	3

Продолжение таблицы 8

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
8	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	2
9	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	2	2
10	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	3	3
11	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	2	2
12	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	3	3
13	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	4	3
14	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	4	4
15	Проработан механизм реализации научного проекта	5	4
	ИТОГО БАЛЛОВ	63	60

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации и уровень имеющихся знаний у разработчика определяются по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i \quad (5.1.3)$$

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

B_i – балл по i -му показателю.

Значение $B_{\text{сум}}$ по обоим направлениям попало в интервал от 75 до 60, следовательно, данная разработка считается перспективной. Уровень имеющихся знаний у разработчика выше среднего.

5.1.4 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

Коммерциализация результатов, полученных в результате выполнения НИР, будет осуществляться в виде торговли патентными лицензиями. При передаче третьим лицам права использования объектов интеллектуальной

собственности на лицензионной основе, будут получены средства для продолжения дальнейших научных исследований. Выбор данного метода коммерциализации будет способствовать успешному продвижению разработки на той стадии, на которой находится научно-исследовательская работа.

5.2 Инициация проекта

5.2.1 Цели и результат проекта

Научно-исследовательская работа направлена на усовершенствование наиболее распространенного способа получения органического соединения с последующим внедрением его в качестве промежуточной стадии технологии получения высокомолекулярных соединений.

В таблице 9 отражена информация об организациях, которые участвуют в проекте и интересы которых могут быть затронуты.

Таблица 9 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Разработчики проекта (научная группа)	Установление оптимальных условий получения мономера, отработка лабораторной технологии его синтеза
НИ ТПУ	Разработка и ведение проектов по созданию полимерных материалов на основе получаемого мономера
Производители полимерных материалов	Появление новых материально выгодных полимерных материалов, удовлетворяющих высоким требованиям

В таблице 10 представлена иерархия целей проекта, а также критерии достижений целей.

Таблица 10 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Оптимизация синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата
Ожидаемые результаты проекта:	Получение 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата по оптимизированной методике

Продолжение таблицы 10

Критерии приемки результата проекта:	Доказать эффективность проведенной оптимизации синтеза
Требования к результату проекта:	Требование:
	Получение целевого продукта высокой чистоты
	Минимизация потерь при очистке мономера
	Приведение рекомендаций по очистке мономера после синтеза

5.3 Планирование научно-исследовательских работ

5.3.1 Структура работ в рамках научного исследования

Данный раздел предусматривает составление перечня работ в рамках проведения научного исследования, а также проведение распределения исполнителей по видам работ (таблица 11).

Таблица 11 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Магистрант
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Магистрант
Выбор направления исследований	4	Календарное планирование работ по выбранному направлению	Руководитель, магистрант
Теоретическое обоснование и проведение экспериментальных исследований	5	Теоретическое обоснование и выбор методов исследований	Руководитель, магистрант
	6	Проведение экспериментов	Магистрант
	7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Магистрант
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, магистрант
	9	Определение целесообразности проведения НИР	Магистрант
Проведение НИР			
Разработка технической документации, осуществление экспериментальной части НИР	10	Составление плана экспериментов	Руководитель, магистрант
	11	Выбор условий проведения синтеза	Руководитель, магистрант
	12	Проведение ряда лабораторных экспериментов	Магистрант
	13	Оценка результатов, заключение выводов по проделанной работе	Руководитель, магистрант

Продолжение таблицы 11

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Оформление отчета по НИР	14	Составление пояснительной записки	Руководитель, магистрант
	15	Сдача работы на рецензию	Магистрант
	16	Предзащита	Магистрант
	17	Подготовка к защите дипломной работы	Магистрант
	18	Защита дипломной работы	Магистрант

5.3.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов.

Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости использована следующая формула:

$$t_{ож\ i} = \frac{3t_{min\ i} + 2t_{max\ i}}{5} \quad (5.3.2.1)$$

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

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

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

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

$$T_{pi} = \frac{t_{ож\ i}}{Ч_i} \quad (5.3.2.2)$$

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

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

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

Для перевода длительности каждого этапа из рабочих в календарные дни, необходимо воспользоваться формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}} \quad (5.3.2.3)$$

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

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

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

Календарный коэффициент определяется по формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} \quad (5.3.2.4)$$

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

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

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

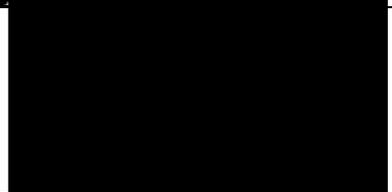
Расчеты временных показателей проведения научного исследования обобщены в таблице 12.

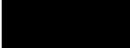
Таблица 12 – Временные показатели проведения научного исследования при $k_{\text{кал}} = 1,19$

№ работы	Трудоемкость работы			Исполнители	Длительность работ в рабочих днях (T_{pi})	Длительность в календарных днях (T_{ki})
	t_{min} , чел-дни	t_{max} , чел-дни	$t_{\text{ож}}$, чел-дни			
1	1	1	1	Руководитель	1	2
2	14	16	15	Магистрант	15	18
3	5	7	6	Магистрант	6	8
4	18	21	20	Руководитель, магистрант	10	12
5	10	14	12	Руководитель, магистрант	12	15
6	12	14	13	Магистрант	7	9
7	7	10	8	Магистрант	8	10
8	7	10	8	Руководитель, магистрант	4	5
9	22	25	23	Магистрант	23	28
Итого:	36	46	41	Руководитель	27	34
	95	117	105	Магистрант	85	105

Для иллюстрации календарного плана НИР на основании таблицы 12 составляется диаграмма Ганта (таблица 13).

Таблица 13 – Календарный план-график проведения научно-исследовательской работы (диаграмма Ганта)

Наименование этапа	Исполнитель	Т, дней	2020					2021				
			Август	Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май
Составление и утверждение задания	Руководитель	2										
Литературный обзор	Магистрант	18										
Подбор методики выполнения эксперимента	Магистрант	8										
Теоретический анализ	Руководитель, магистрант	12										
Теоретическое обоснование и выбор методов исследования	Руководитель, магистрант	15										
Проведение экспериментов, сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Магистрант	90										
Обработка и обсуждение результатов	Руководитель, магистрант	5										
Разработка презентации, оформление отчетных документов	Магистрант	28										

 – Чекменёва Д.В., магистрант
 – Ляпков А.А., руководитель

5.4 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета, планируемые затраты группируются по статьям:

1. Материальные затраты научно-исследовательской работы (НИР);
2. Затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ;
3. Основная заработная плата исполнителей;
4. Дополнительная заработная плата исполнителей;
5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
6. Накладные расходы НИР.

5.4.1 Материальные затраты НИР

Материальные затраты включают стоимость всех используемых в ходе работы материалов.

Материальные затраты по теме работы приведены в таблице 14.

Таблица 14 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, руб.
Реактивы и материалы				
Эндиковый ангидрид	г	25	21200,00	21200,00
Гидрохлорид метилового эфира глицина	г	100	4090,00	4090,00
Толуол	кг	0,86	194,00	194,00
Na (металл.)	кг	0,4	1950,00	1950,00
Триэтиламин	л	0,96	866,00	866,00
Соляная кислота ледяная	л	1	160,00	160,00
Сульфат натрия	кг	0,5	137,00	137,00
Колба круглодонная объемом 250 мл	шт	2	194,00	388,00
Обратный холодильник	шт	1	2300,00	2300,00
Штатив лабораторный	шт	1	1830,00	1830,00
Двупалая лапка	шт	2	600,00	1200,00

Продолжение таблицы 14

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, руб.
Чаша кристаллизационная	шт	1	1200,00	1200,00
Воронка делительная (250 мл)	шт	1	601,00	601,00
Реактивы и материалы				
Мерный цилиндр объемом 100 мл	шт	1	152,00	152,00
Воронка стеклянная	шт	1	64,00	64,00
Эппендорф пластмассовый	упак	1	133,00	133,00
Ампула для ЯМР-спектроскопии	упак	1	1563,00	1563,00
Лакмусовая бумага	упак	1	229,00	229,00
Канцелярия				
Бумага офисная для печати	листов	100	1,50	225,00
Чернила для принтера	мл	100	1,10	110,00
Тетрадь	шт.	3	30,00	90,00
Ручка	шт.	5	50,00	250,00
Карандаш	шт.	5	35,00	175,00
Расходы на материалы, руб.				39107,00
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%), руб.				1955,35
Общая сумма расходов, руб.				41062,35

В рамках магистерской диссертации НИ ТПУ предоставляет реактивы и материалы для исследования.

5.4.2 Затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ

Расчет затрат по данной статье сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее.

Норма амортизации рассчитывается по формуле:

$$H_A = \frac{1}{n} \quad (5.4.2.1)$$

где n – срок полезного использования, количество лет.

Амортизация оборудования рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{H_A \cdot I}{12} \cdot m \quad (5.4.2.2)$$

где И – итоговая сумма, руб.;

m – время использования, мес.

Таблица 15 – Затраты на специальное оборудование

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Срок полезного использования, лет	Время использования, мес.	Н _л , %	Общая стоимость оборудования, руб.	Амортизация
1	Компьютер	3	5	5	20	150000	12500
2	Программное обеспечение Microsoft Office	1	1	5	100	19000	7917
3	Хроматограф «Хроматек-Кристалл 5000» с масс-детектором	1	4	4	25	1000000	83333
4	Программное обеспечение «Хроматек Аналитик 3.0»	1	1	3	100	30000	7500
Общая сумма расходов, руб.		111250					

5.4.3 Основная заработная плата исполнителей

Статья заработной платы исполнителей темы включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИР, (включая премии и доплаты) и дополнительную заработную плату.

Также включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 – 30 % от тарифа или оклада:

$$C_{зп} = Z_{осн} \cdot Z_{доп} \quad (5.4.3.1)$$

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

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

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

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (5.4.3.2)$$

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

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} \quad (5.4.3.3)$$

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 24 раб.дня $M = 11,2$ месяца, 5 - дневная неделя; при отпуске в 48 раб.дней $M = 10,4$ месяца, 6 - дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб.дн.

Таблица 16 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Магистрант
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	44	44
- праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени		
- отпуск	24	24
- невыходы по болезни	2	2
Действительный годовой фонд рабочего времени	281	281

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{б}} \cdot k_{\text{р}} \quad (5.4.3.4)$$

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

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 для Томска.

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 17. Основная заработная плата руководителя (преподавателя ТПУ) с учетом должности доцента и степени кандидата химических наук, и заработная плата инженера в роли студента без районного коэффициента, руб.:

Таблица 17 – Расчет основной заработной платы исполнителей

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	38000	1,3	49400	1968,97	27	53162,19
Магистрант	25000	1,3	32500	1295,37	85	110106,45
Итого						163268,64

5.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей

Расчет дополнительной заработной платы проводится по формуле:

$$З_{\text{доп}} = З_{\text{осн}} \cdot k_{\text{доп}} \quad (5.4.4.1)$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы ($k_{\text{доп}} = 0,12$);

$З_{\text{доп}}$ руководителя: 6379,46 руб.;

$З_{\text{доп}}$ лаборанта: 13212,77 руб.

Общая $З_{\text{доп}} = 19592,23$ руб.

Заработная плата работников рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{зп}} = З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}} \quad (5.4.4.2)$$

$З_{\text{зп}}$ руководителя: 59541,65 руб.;

$З_{\text{зп}}$ лаборанта: 123319,22 руб.

5.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды и накладные расходы

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

Величина данных отчислений определяется по следующей формуле:

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (5.4.5.1)$$

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

Отчисления во внебюджетные фонды представлены в таблице 18.

Таблица 18 – Отчисления во внебюджетные фонды

Участник	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель проекта	53162,19	6379,46
Лаборант-магистрант	110106,45	13212,77
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды, %	30,2	

Продолжение таблицы 18

Итого, руб.	Руководитель: 17981,58; лаборант: 37242,40
В сумме	55223,98

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование графических материалов, оплата услуг связи, электроэнергия, транспортные расходы и т.д.

Величина накладных расходов определяется по следующей формуле:

$$Z_{\text{накл}} = (\text{сумма статей } 1 - 5) \cdot k_{\text{нр}} \quad (5.4.5.2)$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы.

Величину коэффициента накладных расходов $k_{\text{нр}}$ допускается взять в размере 16 %.

$$Z_{\text{накл}} = (41062,35 + 111250 + 163268,64 + 19592,23 + 55223,98) \cdot 0,16 = 62463,55 \text{ руб.}$$

5.5 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой и экономической эффективности исследования

5.5.1 Оценка сравнительной эффективности исследования

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

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по следующей формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп. } i} = \frac{\Phi_{ri}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (5.5.1.1)$$

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

Φ_{ri} – 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:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i \quad (5.5.1.2)$$

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

a_i - весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i - бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

$$I_{p(ж)} = 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 5 + 0,3 \cdot 5 + 0,3 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 = 4,75$$

$$I_{p(м)} = 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 3 + 0,3 \cdot 3 + 0,3 \cdot 3 + 0,15 \cdot 5 = 3,40$$

Таблица 19 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта жидкофазным (Ж) и механическим (М) способами

Критерии	Объект исследования	Весовой коэффициент параметра	Ж	М
1. Способствует росту производительности труда		0,1	4	4
2. Энергосбережение		0,15	5	3
3. Выход продукта		0,3	5	3
4. Конверсия исходных веществ		0,3	5	3
5. Простота эксплуатации		0,15	4	5
ИТОГО		1	4,75	3,40

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

$$I_{испi} = \frac{I_{p-испi}}{I_{финр.i}} \quad (5.5.1.3)$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных:

$$\mathcal{E}_{\text{cp}} = \frac{I_{\text{исп1}}}{I_{\text{исп2}}} \quad (5.5.1.4)$$

Таблица 20 – Сравнительная эффективность разработки (жидкофазного (Ж) и механического (М) способов)

№	Показатели	Ж	М
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	1
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,75	3,40
3	Интегральный показатель эффективности	4,75	3,40
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,40	0,72

В ходе выполнения данного раздела были определены финансовый показатель разработки, показатель ресурсоэффективности, интегральный показатель эффективности и, на основании сравнительной эффективности вариантов исполнения, оптимальным был выбран жидкофазный способ получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата.

Выводы:

В данном разделе был произведен анализ сильных и слабых сторон проекта оптимизации синтеза органического соединения, выявление возможностей и опасностей для его реализации, оценена конкурентоспособности разработки. Также проведена сравнительная оценка характеристик альтернативного способа получения 5-норборнен-2,3-дикарбоксимид N-метил ацетата, в ходе которой выявлено, что жидкофазный способ более оптимален. В результате выполненного анализа можно сделать вывод, что результаты НИР найдут обширное практическое применение.

Список публикаций

1. Чекменёва, Дарья Вячеславовна. Оптимизация синтеза 5-норборнен-2,3-дикарбоксимида-N-метил ацетата / Д. В. Чекменёва, Н. А. Смирнова; науч. рук. А. А. Ляпков // Химия и химическая технология в XXI веке материалы XXII Международной научно-практической конференции имени профессора Л. П. Кулёва студентов и молодых ученых, 17–20 мая 2021 г., г. Томск: / Национальный исследовательский Томский политехнический университет. — Томск: Изд-во ТПУ, 2021. — [С. 278-279].

2. Чекменёва, Дарья Вячеславовна. Особенности группового и индивидуального состава нефтей палеозоя и юры Томской области / Д. В. Чекменёва; науч. рук. Е. В. Ларионова // Проблемы геологии и освоения недр труды XXIV Международного симпозиума имени академика М. А. Усова студентов и молодых учёных, посвященного 75-летию Победы в Великой Отечественной войне, Томск, 6-10 апреля 2020 г.: в 2 т.: / Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Инженерная школа природных ресурсов; гл. ред. А. С. Боев; под ред. Е. Ю. Пасечник. — 2020 . — Т. 1 . — [С. 265-267].

3. Чекменёва, Дарья Вячеславовна. Экологически безопасный метод определения синтетических красителей с помощью оптического сенсора / Д. В. Чекменёва, А. В. Золотарева; науч. рук. Т. Н. Волгина // Химия и химическая технология в XXI веке материалы XX Международной научно-практической конференции имени профессора Л. П. Кулёва студентов и молодых ученых, 20–23 мая 2019 г., г. Томск: / Национальный исследовательский Томский политехнический университет. — Томск : Изд-во ТПУ , 2019 . — [С. 488-489].

4. Легкодёр, В. К.. Оптический химический сенсор на основе полиметилметакрилата / В. К. Легкодёр, Д. В. Чекменёва; науч. рук. Т. Н. Волгина // Химия и химическая технология в XXI веке материалы XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л. П. Кулёва, 21-24 мая 2018 г., г. Томск: /

Национальный исследовательский Томский политехнический университет.
— Томск : Изд-во ТПУ , 2018 . — [С. 527-528].