

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

Школа **ИШНПТ**
 Направление подготовки **18.03.01 Химическая технология**
 Отделение школы (НОЦ) **НОЦ Н.М. Кижнера**

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Алюмосиликатные керамические материалы на основе природного сырья
УДК 666.651.2:546.62

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Гришаева Дарья Олеговна		09.06.21

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Вакалова Татьяна Викторовна	д.т.н., профессор		09.06.21

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Маланина Вероника Анатольевна	к.э.н.		03.06.21

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Черемискина Мария Сергеевна			03.06.21

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
18.03.01 Химическая технология	Ревва Инна Борисовна	к.т.н., доцент		

Планируемые результаты освоения ООП
Технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов

Код компетенции	Наименование компетенции
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач
УК(У)-2	Способен определять круг задач в рамках поставленной цели и выбирать оптимальные способы их решения, исходя из действующих правовых норм, имеющихся ресурсов и ограничений
УК(У)-3	Способен осуществлять социальное взаимодействие и реализовывать свою роль в команде
УК(У)-4	Способен осуществлять деловую коммуникацию в устной и письменной формах на государственном и иностранном (-ых) языке
УК(У)-5	Способен воспринимать межкультурное разнообразие общества в социально-историческом, этическом и философском контекстах
УК(У)-6	Способен управлять своим временем, выстраивать и реализовывать траекторию саморазвития на основе принципов образования в течение всей жизни
УК(У)-7	Способен поддерживать должный уровень физической подготовленности для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности
УК(У)-8	Способен создавать и поддерживать безопасные условия жизнедеятельности, в том числе при возникновении чрезвычайных ситуаций
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-1	Способность и готовность использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности
ОПК(У)-2	Готовность использовать знания о современной физической картине мира, пространственно-временных закономерностях, строении вещества для понимания окружающего мира и явлений природы
ОПК(У)-3	Готовность использовать знания о строении вещества, природе химической связи в различных классах химических соединений для понимания свойств материалов и механизма химических процессов, протекающих в окружающем мире
ОПК(У)-4	Владение пониманием сущности и значения информации в развитии современного информационного общества, осознания опасности и угрозы, возникающих в этом процессе, способностью соблюдать основные требования информационной безопасности, в том числе защиты государственной тайны
ОПК(У)-5	Владение основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации, навыками работы с компьютером как средством управления информацией
ОПК(У)-6	Владение основными методами защиты производственного персонала и населения от возможных последствий аварий, катастроф, стихийных бедствий

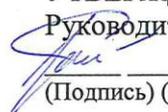
Код компетенции	Наименование компетенции
Профессиональные компетенции	
ПК(У)-1	Способность и готовность осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции
ПК(У)-2	Готовность применять аналитические и численные методы решения поставленных задач, использовать современные информационные технологии, проводить обработку информации с использованием прикладных программных средств сферы профессиональной деятельности, использовать сетевые компьютерные технологии и базы данных в своей профессиональной области, пакеты прикладных программ для расчета технологических параметров оборудования
ПК(У)-3	Готовность использовать нормативные документы по качеству, стандартизации и сертификации продуктов и изделий, элементы экономического анализа в практической деятельности
ПК(У)-4	Способность принимать конкретные технические решения при разработке технологических процессов, выбирать технические средства и технологии с учетом экологических последствий их применения
ПК(У)-5	Способность использовать правила техники безопасности, производственной санитарии, пожарной безопасности и нормы охраны труда, измерять и оценивать параметры производственного микроклимата, уровня запыленности и загазованности, шума, и вибрации, освещенности рабочих мест
ПК(У)-6	Способность налаживать, настраивать и осуществлять проверку оборудования и программных средств
ПК(У)-7	Способность проверять техническое состояние, организовывать профилактические осмотры и текущий ремонт оборудования, готовить оборудование к ремонту и принимать оборудование из ремонта
ПК(У)-8	Готовность к освоению и эксплуатации вновь вводимого оборудования
ПК(У)-9	Способность анализировать техническую документацию, подбирать оборудование, готовить заявки на приобретение и ремонт оборудования
ПК(У)-10	Способность проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа
ПК(У)-11	Способность выявлять и устранять отклонения от режимов работы технологического оборудования и параметров технологического процесса
Профессиональные компетенции университета	
ДПК(У)-1	Способность планировать и проводить химические эксперименты, проводить обработку результатов эксперимента, оценивать погрешности, применять методы математического моделирования и анализа при исследовании химико-технологических процессов

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

Школа ИШНПТ
 Направление подготовки (специальность) 18.03.01 Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М. Кижнера

УТВЕРЖДАЮ:

Руководитель ООП

 28.01.21
 (Подпись) (Дата) (Ревва И.Б.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
4Г7А	Гришаевой Дарье Олеговне

Тема работы:

Алюмосиликатные керамические материалы на основе природного сырья
Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:	4
--	---

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Данные литературного обзора
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Аналитический обзор литературных данных, постановка цели и задач исследования; выбор и описание методов исследования, экспериментальные исследования для получения керамического материала на основе природного сырья; анализ полученных результатов и оценка дальнейших перспектив развития работы.
Перечень графического материала	
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Литературный обзор; основные методы исследования; экспериментальная часть	Вакалова Татьяна Викторовна
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Маланина Вероника Анатольевна
Социальная ответственность	Черемискина Мария Сергеевна

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Вакалова Татьяна Викторовна	д.т.н.		28.01.21

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Гришаева Дарья Олеговна		28.01.21

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

Студенту:

Группа	ФИО
4Г7А	Гришаевой Дарье Олеговне

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

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Расчет стоимости исходного сырья, материалов, спецоборудования, комплектующих изделий и покупных полуфабрикатов.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Расчетные величины материалов, сырья и оборудования научно-технического проекта.
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Премиальный коэффициент, районный коэффициент, коэффициент доплат и надбавок, заработная плата по тарифной ставке.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Планирование и формирование бюджета научных исследований	Планирование структуры работ, их трудоемкость, разработка графика проведения исследования, расчет бюджета исследования: затраты на сырье, оборудование, заработную плату, отчисления во внебюджетные фонды и накладные расходы.
2. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	Расчет интегрального показателя эффективности: определение финансовой эффективности и ресурсоэффективности; сравнение эффективности с аналогами.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. График проведения и бюджет НИ
2. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Маланина Вероника Анатольевна	к.э.н.		08.02.21

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Гришаева Дарья Олеговна		08.02.21

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа 4Г7А	ФИО Гришаевой Дарье Олеговне
----------------	---------------------------------

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

Тема ВКР:

Алюмосиликатные керамические материалы на основе природного сырья	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект исследования: алюмосиликатные пропанты. Область применения: добыча нефти и газа методом гидроразрыва пласта.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 27.12.2018) ГОСТ 12.2.033-78 Рабочее место при выполнении работ стоя.
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	Вредные факторы: -повышенный уровень шума и вибрации; - повышенная загазованность воздуха рабочей зоны; Опасные факторы: -движущиеся машины и механизмы и подвижные части производственного оборудования; -воздействие газа.
3. Экологическая безопасность:	Атмосфера: выброс газа Гидросфера: разлив нефти на воде Литосфера: загрязнение почвы химическими веществами
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные ЧС: возгорания ГСМ, нефтегазоводопрооявления на скважине, ураганы Наиболее типичная ЧС: нефтегазоводопрооявления на скважине

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Черемискина Мария Сергеевна			08.02.21

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Гришаева Дарья Олеговна		08.02.21

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

Школа ИШНПТ
 Направление подготовки (специальность) 18.03.01 Химическая технология
 Уровень образования бакалавр
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М. Кижнера
 Период выполнения _____ (осенний / весенний семестр 2020 /2021 учебного года)

Форма представления работы:

Бакалаврская работа

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

Срок сдачи студентом выполненной работы: _____

Дата контроля	Название раздела (модуля) /вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
	Основная часть	60
	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	20
	Социальная ответственность	20

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Вакалова Т.В.	д.т.н.		28.01.2021

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Ревва И.Б.	к.т.н.		28.01.2021

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 98 страниц, 20 рисунков, 30 таблиц, 35 литературных источников.

Целью выпускной работы является разработка составов и технологии облегченных керамических материалов с повышенной прочностью на основе природного сырья.

Ключевые слова: алюмосиликатная керамика, алюмосиликатные пропанты, керамические пропанты, гидроразрыв пласта, модифицирующие добавки, легкоплавкая глина, высокодисперсный порошок, муллит, спекание.

Первая часть выпускной квалификационной работы состоит из сведений о технологии гидроразрыва пласта, применении пропантов, их общих свойствах, исходном сырье, технологии производства пропантов, процессах фазообразования керамики, фазовых изменениях при нагревании каолина, а также о процессе спекания.

Вторая часть данной работы содержит применяемые методы исследования как свойств сырья, так и получаемых образцов.

Третья часть данной работы содержит полученные результаты исследования физико-механических свойств изготовленной керамики, а также их сравнение на основе таких данных как вид применяемых добавок, их содержание и температура обжига изделий.

Также в работе были рассмотрены такие важные нюансы как ресурсоэффективность освещаемой темы и социальная ответственность.

СОКРАЩЕНИЯ

ГРП – гидроразрыв пласта

РФА – рентгенофазовый анализ

РИ – рентгеновское излучение

ДТА – дифференциально-термический анализ

НТИ – научно-техническое исследование

НИР – научно-исследовательская работа

ПДК – предельно допустимая концентрация

СИЗ – средства индивидуальной защиты

ЧС – чрезвычайная ситуация

ГНВП – газонефтеводопроявление

Оглавление

РЕФЕРАТ.....	8
СОКРАЩЕНИЯ.....	9
ВВЕДЕНИЕ.....	13
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	14
1.1 Особенности современной добычи трудноизвлекаемых нефти и газа методом гидроразрыва пласта.....	14
1.2 Технология гидроразрыва пласта.....	16
1.3 Классификация керамических пропантов.....	21
1.4 Требования к пропантам с учетом условий службы.....	22
1.5 Характеристика сырьевых материалов для получения алюмосиликатных пропантов.....	25
1.6 Особенности технологии керамических пропантов.....	26
1.7 Процессы фазообразования керамических материалов.....	29
1.7.1 Характеристика системы $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$	29
1.7.2 Характеристика структуры и свойств муллита.....	33
1.8 Фазовые изменения, происходящие при нагревании каолина.....	35
1.9 Спекание алюмосиликатной керамики и способы ее активации.....	36
2 ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	40
2.1 Рентгенофазовый анализ.....	40
2.2 Дифференциально-термический анализ.....	42
2.3 Определение водопоглощения.....	44
2.4 Определение воздушной и огневой усадки.....	45
2.5 Определение предела прочности образца при сжатии.....	48
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	49
3.1 Характеристика сырьевых материалов.....	49
3.1.1 Характеристика глинистого сырья.....	49
3.1.1.1 Характеристика глинистого сырья по химическому составу.....	50

3.1.1.2	Характеристика глинистого сырья по минералогическому составу.....	51
3.1.1.3	Поведение легкоплавкой воронежской глины обжиге.....	55
3.1.2	Выбор и характеристика корректирующих добавок – магматических пород.....	56
3.1.2.1	Характеристика магматических пород по химическому составу.....	57
3.1.2.2	Характеристика магматического сырья по минералогическому составу.....	58
3.1.2.3	Поведение исследуемых магматических пород в обжиге....	62
3.2	Разработка составов керамических масс и технологических параметров получения керамических материалов из композиций легкоплавкой глины с добавками магматических пород.....	65
3.2.1	Обоснование выбора температуры предварительного прокаливания глинистого сырья.....	65
3.2.2	Компонентные составы керамических масс, подготовка керамических масс, формование и обжиг образцов.....	65
4	ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	71
4.1	Планирование научно-исследовательских работ.....	71
4.1.1	Структура работ в рамках научного исследования.....	71
4.1.2	Определение трудоемкости выполнения работ.....	72
4.1.3	Разработка графика проведения научного исследования.....	73
4.1.4	Бюджет научно-технического исследования (НТИ).....	78
4.1.4.1	Материальные затраты.....	78
4.1.4.2	Расчет затрат на оборудование для научно-экспериментальных работ.....	78
4.1.4.3	Основная заработная плата исполнителей темы.....	79
4.1.4.4	Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	81

4.1.4.5	Накладные расходы.....	82
4.1.4.6	Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.....	82
4.2	Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	83
5	СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	85
	Введение.....	85
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности..	85
5.2	Производственная безопасность.....	86
5.2.1	Анализ выявленных вредных и опасных факторов.....	86
5.2.2	Обоснование мероприятий по снижению воздействия.....	89
5.3	Экологическая безопасность.....	90
5.4	Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	92
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	94
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	96

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время производство алюмосиликатной керамики, в частности пропантов, сопровождается достаточно значительным использованием высококачественного природного сырья, тем самым приводит к его постепенному неизбежному истощению. Исходя из этого появляется потребность увеличения сырьевой базы и пересмотр использования прежде применяемых высококачественных глин и бокситов со сменой фокуса на предпочтение менее качественных легкоплавких глин, а также техногенного сырья.

Керамический пропант – расклинивающий материал, используемый при добыче нефти и газа с применением метода гидроразрыва пласта. Керамические пропанты считаются довольно дорогостоящими сравнительно с другими видами расклинивающих материалов, таких как песок, но при этом их преимуществом является более высокие эксплуатационные характеристики.

Применение керамических пропантов обуславливается наличием в настоящий момент доли трудноизвлекаемых запасов нефти и газа в России, достигающих достаточно существенных значений в 40 %, из которых 80 % имеют месторасположение в Западной Сибири. Доля данных запасов с каждым годом возрастает ввиду истощения легко добываемых газа и нефти, залегающих недалеко от поверхности.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

Алюмосиликатные материалы играют важную роль среди керамических материалов. В настоящее время для добычи трудно извлекаемых нефти и газа в данной промышленности нашел широкое применение метод увеличения продуктивности скважин такой как гидроразрыв пласта, осуществляемый закачкой керамических пропантов вместе с рабочей жидкостью (флюидом) для разрыва. Пропанты являются своеобразным расклинивающим агентом, который препятствует смыканию образующихся в пласте трещин, тем самым данный продукт способствует повышению темпов отбора газа и нефти. Именно по этой причине керамические пропанты имеют важное значение в технологии гидроразрыва пласта и определяют его эффективность.

1.1 Особенности современной добычи трудноизвлекаемых нефти и газа методом гидроразрыва пласта

Технология гидроразрыва пласта изображена на рисунке 1.1 и заключается в том, что под действием давления с использованием жидкости для обеспечения притока добываемого флюида создают высокопроводимую трещину в нужном пласте. Далее в образовавшиеся трещины подается пропант, который и не дает ей сомкнуться после прекращения подачи давления.

В пластах, однотипных по толщине, чаще всего создается только одна трещина. В то время как при многопластовых залежах производится поинтервальная операция гидроразрыва пласта. Для этого используется рабочая жидкость, которая далее закачивается в пласт с помощью колонны труб. В качестве нее обычно используют растворы с применением высокомолекулярных полимеров, изготавливаемых на водной основе. [1]

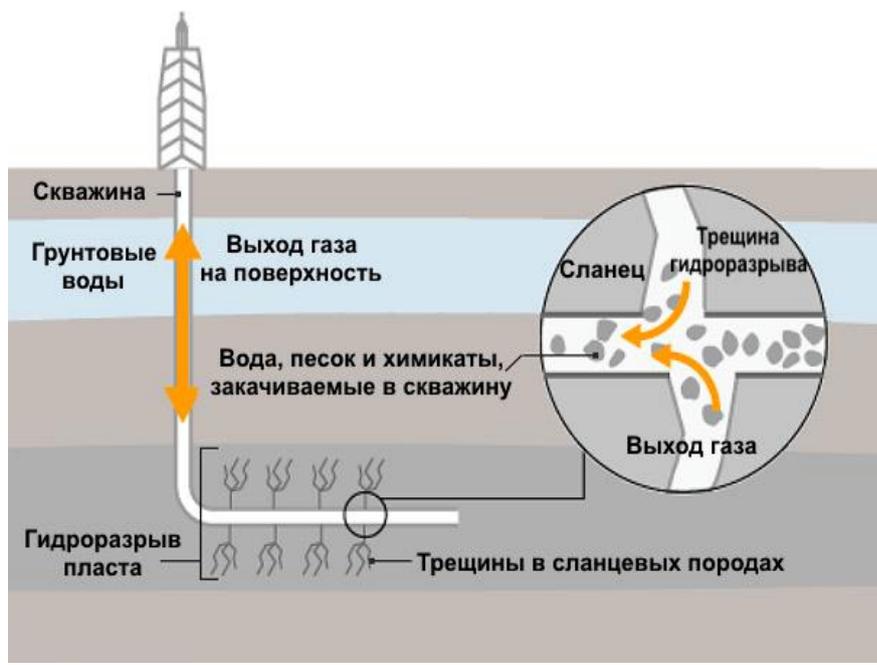


Рисунок 1.1 – Технология гидроразрыва пласта [1]

В технологии гидроразрыва расклинивающим агентом служат кварцевый песок фракцией 0,4-1,8 мм, а также керамические пропанты.

Благодаря многолетним исследованиям было выявлено, что наиболее предпочтительным является использование керамических пропантов, ввиду того, что они характеризуются и высокой прочностью, и небольшой насыпной плотностью и химической и коррозионной стойкостью и достаточно высокой проводимостью.

Пропант – гранулообразный материал, используемый для расклинивания, который применяется в нефте- и газодобывающей промышленности с целью повышения эффективности скважин в технологии гидроразрыва пласта (ГРП). Данный расклинивающий агент служит для сохранения проницаемости трещин, получаемых в ходе вышеупомянутого метода. [2]

Внешне пропанты представляют собой пескообразный материал размером с крупное маковое зерно диаметром 0,4-1,2 мм. Каждая гранула является элементарным керамическим изделием, которое получают посредством высокотемпературного обжига специально подготовленной сырьевой смеси, которая может включать в себя алюмосиликаты, оксиды

металлов, разнообразные добавки и прочее. При этом в ходе процесса спекания гранулы приобретают высокую механическую прочность.

1.2 Технология гидроразрыва пласта

Гидроразрыв пласта – это одна из сложнейших операций в нефте- и газодобывающей промышленности, который при этом является еще и наиболее эффективным способом увеличения производительности скважин, так как способствует повышению выработки запасов газа и нефти, а также многократному расширению данной зоны, и, соответственно, благодаря данной технологии достигается высшая конечная нефтеотдача.

Исходя из этого, можно выделить следующие цели операции по гидроразрыву пласта [3]:

- повышение продуктивности скважин, прежде всего, при положительном скин-факторе, в ходе повышения эффективного радиуса из-за образования высокопроводящих трещин определенной длины;
- создание гидродинамической взаимосвязи скважины непосредственно с системой для естественно образовавшихся трещин и увеличение зоны дренирования;
- работа с низкопроницаемыми залежами, которые обладают производительностью примерно до трех раз меньше, чем граница рентабельной добычи, а также преобразование забалансовых далее в промышленные запасы;
- разработка пластов высокой сложности, а также расчлененных и имеющих неоднородность, при этом имеющих высокую прерывистость, за счет общей развитой системы разработки для проведения гидродинамических процессов между пластом и существующей системой скважин, имеющих образовавшиеся трещины при ГРП с целью повышения скорости отбора получаемых запасов, а также увеличения объема нефтеотдачи благодаря

применению активных разработок для зон со слабым дренированием, включая пропластки.

Использование методики по гидроразрыву пласта с целью повышения эффективности скважин уже более 50 лет находит свое применение во всем мире. Рабочая жидкость нагнетается в скважину под определенным давлением, достаточным, чтобы, минуя преграду в виде породы, образовать с двух сторон ствола трещины, характеризующиеся длиной около 305 м и противоположные друг другу.

С целью удержания трещины уже в разомкнутом виде при завершении закачки и сокращения давления она набивается упомянутыми выше переносимыми с помощью рабочей жидкости частицами керамических пропантов (или кварцевым песком).

Продуктивность трещины обычно определяется по [3]:

- надежности и экономичности ее создания;
- максимальному повышению продуктивности скважины;
- ее проводимости и долгосрочной стабильности.

Основными ограничениями для использования метода гидроразрыва пласта является проведение работ как в водо-, так и в газонефтяных зонах, ввиду того, что это может оказаться причиной появления ускоренного конусообразования, а также резкого прорыва находящихся вблизи газовой эмульсии непосредственно в скважину. [4]

Метод гидроразрыва пласта обладает широким перечнем технологических решений, связанных с особенностями определенного объекта разработки и необходимой целью. Технологии гидроразрыва пласта отличаются, главным образом, по величине закачки применяемых жидкостей, пропантов, а также по размерам образующихся трещин.

Более распространенным признан локальный вид гидроразрыва в качестве достаточно эффективного средства как для уменьшения сопротивления разрабатываемой призабойной зоны, так и повышения эффективного радиуса данной скважины.

Как правило, при создании трещин достаточно длины в пределах 10-20 м с применением нескольких десятков кубометров рабочей жидкости, а также единиц тонн керамического пропанта. Благодаря использованию данной методики обычно наблюдается рост дебита скважин примерно в 2-3 раза.

До определенного времени метод гидроразрыва пласта использовался практически только в малодебитных скважинах, как правило, с целью обеспечения рентабельности скважин.

Далее, уже в начале 1990-х годов большим интересом стали пользоваться высокодебитные скважины, а также скважины, характеризующиеся большей возможной прибыльностью. Складывающаяся ситуация означала перемещение точки интереса на повышение эффективности высокопроницаемых пластов.

Наиболее подходящая длина зафиксированной трещины, увеличение размеров которой на деле не влияет на увеличение объема добываемой жидкости, при значениях проницаемости коллектора в $0,01 - 0,05 \text{ мкм}^2$, как правило, имеет значение 40-60 м, а величина объема нагнетаемой жидкости – в пределах 100 м^3 жидкости и нескольких десятков тонн расклинивающего агента. При величине проницаемости коллектора около $0,001 \text{ мкм}^2$ наиболее оптимальное значение длины трещины имеет величину 100-200 м, в то время как объем закачки составляет от 100 м^3 жидкости и около 100-200 т керамического пропанта. [4]

С целью привлечения в разработку залежей со сверхнизким показателем проницаемости (со значениями меньше 10^{-4} мкм^2) в странах северной Америки и множестве стран западной части Европы нашел широкое применение метод массивированного гидроразрыва пласта. Таким образом образуют трещины протяженностью примерно 1000 м и объемом закачки в пределах от нескольких сотен и до 1000 м^3 рабочей жидкости, и, вместе с этим, от нескольких сотен и до 1000 т керамического пропанта.

Насколько известно, такие операции не только показали себя успешными, но и интенсифицировали объем добычи до 10 раз. [5]

Также пользуется широкой популярностью технология с применением последовательного введения в трещину керамических пропантов, характеризующихся разным фракционным составом, а также другими свойствами.

Необходимо понимать, что каждый из комплексов по гидроразрывным работам индивидуален, они отличаются от друг друга не только по масштабам, каждый из них, вне зависимости от вида коллектора, обязует использовать определенный набор технических дисциплин и технологий и их совмещение. С целью этого также проводятся определенные эксперименты, определяющие характеристики пород, строятся каротажные диаграммы для скважин, которые предоставляют данные о свойствах исследуемого пласта.

При применении метода гидроразрыва пласта предварительно осуществляют моделирование самого возникновения трещины и дальнейшего ее развития. Для этого используется уникальное программное обеспечение, обрабатывающее полученные данные, включающие информацию о параметрах флюида и разрабатываемой скважины. Исходя из полученных результатов, при этом беря в расчеты экономические критерии, далее прогнозируют наиболее лучший проект обработки, претворяя его в жизнь посредством применения смесительного оборудования, оснащенного автоматическим контролем ведения процесса по изготовлению рабочей жидкости, а также насосных агрегатов, предназначенных для использования под высоким давлением. [3]

Приспособления для мониторинга и регистрации способствуют достижению достаточно высокого качества производимой жидкости и обеспечивают бесперебойную постоянную регистрацию данных. Инженеры, благодаря использованию графических дисплеев, применяемых для сравнения таких характеристик как фактические и проектные

параметры закачек, следят за ходом обработки данных. Описанная работа помогает принимать своевременно все нужные решения в реальном времени. Таким образом, устройства, которые моделируют добычу сравнивают полученные результаты обработки с прежде прогнозируемыми, тем самым, способствуют накоплению ценной информации о процессах для проектирования уже последующей обработки. [4]

Для данного достаточно сложного процесса применяется рабочая жидкость для гидроразрыва. Причем перед непосредственным применением производят загущение жидкости с использованием высокомолекулярных полимеров (смола). Данная жидкость, как правило, имеет водную основу. [5]

Рабочая жидкость должна соответствовать определенным требованиям, например, иметь высокую химическую устойчивость, быть достаточно вязкой для удерживания расклинивающего агента во взвешенном состоянии, в то время как он испытывает на себе разнообразные сдвиговые деформации и подвергается нагреву как в используемом оборудовании, так и в самой образованной трещине. При обладании недостаточно высокими требуемыми характеристиками возможен риск преждевременного осаждения расклинивающего материала, что отрицательно повлияет на всю обработку в целом.

В ходе ГРП трещина образуется в результате проведения последовательных стадий, включающих закачку самой рабочей жидкости, и после – пропанта. При первой стадии образуется трещина, которая далее увеличивается в длине, она пока не содержит расклинивающего материала. [6]

Остальные стадии уже включают в себя содержание пропанта в увеличенных количествах, что обеспечивает удлинение образуемой трещины и ее последующую достаточную набивку.

Развитие технологии применения и подбора жидкости для гидроразрыва происходило постепенно. Сначала определялись

характеристики используемого полимера, такие как эффективность и концентрация, чтобы обеспечить достаточно высокий перенос пропанта. Далее начали проводиться исследования по применению химических добавок с целью наиболее точного придания необходимых свойств рабочей жидкости.

В результате множественных длительных исследований на данную тему было получено огромное количество сложных жидкостей, при этом трудных как в приготовлении, так и в применении, а также удивительно большого ассортимента добавок для одноразового применения, при этом основанных на использовании дорогостоящих материалов.

Использование последних достижений и разработок позволяет расширить области применения рабочих жидкостей для таких частей отрасли как [6]:

- контроль процесса фильтрации для увеличения производительности жидкости;
- развитие технологии деструкции полимеров для повышения проводимости образуемой трещины;
- уменьшение концентрации полимеров для повышения проводимости образуемой трещины;
- устранение выброса пропанта для поддержания образуемой трещины.

Все вышеописанные применения способствуют появлению новых возможностей в отрасли для повышения экономики скважины.

1.3 Классификация керамических пропантов

Керамические пропанты по сравнению с кварцевыми песками характеризуются более высокой прочностью при сжатии. В настоящее время известны такие виды пропантов как алюмосиликатные и магнезиально-силикатные пропанты.

Наиболее распространенными, и, тем не менее, представляющими интерес для изучения, керамическими пропантами являются традиционные алюмосиликатные синтетические пропанты, получаемые при обжиге смесей бокситовых и каолиновых пород. Это связано с доступностью сырья, а также достаточной степенью изученности керамических материалов на основе глин и каолинов в системах глинозем – кремнезем. Конечный фазовый состав материала сложен муллитом и корундом, а также некоторым количеством стеклообразной фазы, которая изначально существует в виде расплава и способствует спеканию материала. [1]

Также в технологии гидроразрыва пласта применяются магнезиально-силикатные пропанты. Это пропанты, изготовленные на основе силиката магния и кварцевого песка (в частности, на основе серпентинитов, оливинитов и их природных смесей – дунитов). Их изготовление и использование также обусловлено доступностью разнообразного магнезиально-силикатного сырья на территории Российской Федерации. [7]

1.4 Требования к пропантам с учетом условий службы

Способ увеличения эффективности добычи нефти и газа при помощи метода гидроразрыва пласта считается одним из наиболее результативных методов в настоящее время. Поэтому, к таким материалам как рабочая жидкость и пропанты предъявляют достаточно высокие требования.

Каждый горный пласт характеризуется своими индивидуальными неповторимыми свойствами, в связи с этим керамические пропанты нужно подбирать в индивидуальном порядке для каждого месторождения исходя из конкретных параметров (таких как ширина и глубина) пласта. [7]

Физико-химические и физико-механические характеристики пропантов обязаны соответствовать определенным требованиям, приведенным в таблице 1.1.

При применении метода ГРП пропант для нагнетания в скважины и набивания в трещины для их удержания должен соответствовать следующим основным характеристикам:

- высокая механическая прочность;
- высокий показатель округлости, а также сферичности (для более высокой проницаемости);
- высокая химическая стойкость;
- сравнительно небольшая масса (должен быть легким).

Таблица 1.1 – Требования к основным свойствам пропантов [8]

Показатель	Показатель для фракции			
	12/20	16/20	16/30	20/40
Размер гранул пропанта, мм	1,7-0,85	1,18-0,85	1,18-0,60	0,8-0,425
Насыпная плотность пропанта, г/см ³ , не менее	1,9			
Сопротивление раздавливанию, %, не более	25			10
Давление p.s.i. (МПа)	10000 (68,9)			
Округлость гранулы пропанта, условные единицы, не менее	0,7			
Сферичность гранулы пропанта, условные единицы, не менее	0,7			
Растворимость пропантов в смеси кислот, %, не более	6			

Требования к показателям алюмосиликатных пропантов согласно ГОСТ Р 51761- 2013 представлены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Требования к алюмосиликатным пропантам [8]

Наименование показателя	Норма для фракций							
	10/14	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
Массовая доля гранул основной фракции, %, не менее	90							
Сферичность, условные единицы, не менее	0,7							
Округлость, условные единицы, не менее	0,7							
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,9							
Растворимость в смеси соляной и фтористоводородной кислот, %, не более	8,0							
Растворимость в соляной кислоте, %, не более	1,0							
Мутность, ЕМФ, не более	200							
Сопротивление раздавливанию, %, не более, при давлении, МПа								
51,7	25,0	20,0	20,0	20,0	15,0	7,0	7,0	5,0
68,9	-	25,0	25,0	25,0	20,0	10,0	10,0	8,0

Характеристикой, главным образом влияющей на выбор пропанта, считается механическая прочность агента, потому что именно способность оказывать высокое сопротивление против пластового давления обеспечивает возможность поддержания трещины, образованной путем гидроразрыва пласта, в разомкнутом состоянии в течение длительного времени.

1.5 Характеристика сырьевых материалов для получения алюмосиликатных пропантов

При изготовлении алюмосиликатных пропантов используются такие сырьевые компоненты как каолины, огнеупорные глины и бокситы. Также применяются добавки как природного, так и техногенного генезиса, влияющие на процесс спекания веществ и увеличивающие прочностные характеристики получаемого изделия.

Каолин – это горная порода осадочного происхождения, сложенная из каолинита и кварца. По происхождению каолины разделяются на элювиальные (также первичные) и переотложенные (также вторичные).

Первичные каолины имеют достаточно грубый гранулометрический состав, в то время как вторичные обладают более тонким. Помимо этого, переотложенные каолины имеют более высокую однородность, многообразие минералогического состава, присутствие органических примесей, а также обладают более высокими показателями по пластичности и связности. Вторичные каолины согласно гранулометрическому составу до такой степени схожи с глинами, что в некоторых случаях трудно их различить. По этой причине переходные типы также могут именоваться как каолинами, так и глинами. [9]

Глины – это землистые обломочные породы осадочного происхождения, состоящие в основном из высокодисперсных гидроалюмосиликатов, дающие при затворении с водой пластичное тесто, сохраняющее при высыхании форму, и приобретающее после обжига прочность камня. [9]

Для изготовления пропантов часто используются бокситы низкого качества, непригодные для преобразования в глинозем. Бокситы являются полиминеральной горной породой, включающую такие глиноземсодержащие минералы как гиббсит, бемит, а также диаспор. [10]

Химическая структура бокситов не имеет постоянный состав и варьируется в обширных границах. Таким образом, содержание глинозема колеблется с 35 и до 80 % в бокситах, оксида железа – с небольших долей вплоть до 30 %. Также в бокситах содержатся оксиды щелочных (оксид калия и оксид натрия) и щелочноземельных металлов (оксид кальция, оксид магния, оксид марганца). Оксиды кальция и магния присутствуют в виде карбонатов (кальцит и доломит) и сульфатов (гипс). Высокое их содержание оказывает отрицательное влияние на характеристики керамических материалов, так как при температуре 600-900°С протекают реакции разложения оксидов кальция и магния. Гидратируясь, данные вещества способствуют возникновению трещин при обжиге. Кроме того, эти соединения ухудшают такие свойства как пластичность, огнеупорность и являются причиной понижения интервала спекания. Оксиды марганца в небольших количествах повышают спекаемость материалов, но при этом могут их окрашивать. Крупные включения оксидов калия и натрия оказывают содействие процессу спекания, обеспечивают достаточно высокую прочность.

Кремнезем считается в бокситах достаточно вредной примесью, доля его включений может достигать 10 %, он может содержаться в геле, в кварце, либо входить в состав алюмосиликатов. [11]

Тем не менее, несмотря на обилие разновидностей глин с разнообразным минералогическим составом, главным сырьем для производства керамических пропантов, имеющих высокие прочностные характеристики, является каолин.

1.6 Особенности технологии керамических пропантов

Производство пропантов состоит из таких основных стадий как кальцинация сырья, его измельчение (дробление), тонкий помол в шаровых мельницах, грануляция, обжиг, классификация по фракциям, а также дальнейшая упаковка изделий (рисунок 1.2).

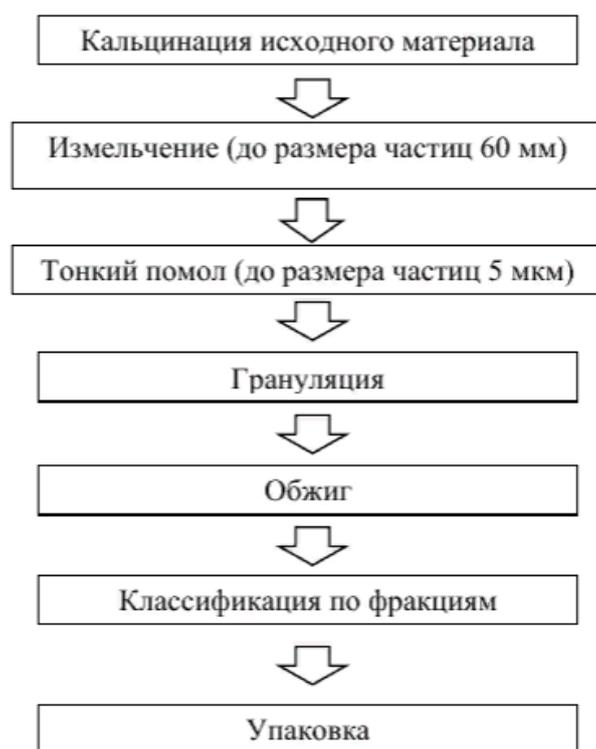


Рисунок 1.2 – Схема производства пропантов на основе алюмосиликатного сырья

Кальцинация — придание необходимых новых качеств керамике с помощью нагревания ее до высоких (около 1000 °С) температур (при этом не доходя до точки плавления) для устранения летучих примесей. Тепловую обработку каолина проводят при температуре около 980 °С с использованием вращающейся печи. В результате процесса кальцинации совершается испарение воды, что приводит к возрастанию массовой доли таких соединений как оксид алюминия и оксид кремния. [12]

Далее прежде дегидратированный материал поступает на дробление. Измельчение совершается в щековой дробилке. Для более тонкого помола (фракция до 5 мкм) материала используются шаровые мельницы, которые осуществляют обработку материала шарами. Он, вместе с мелющими телами, находится совместно в крутящемся полом барабане. Шары внутри мельницы взаимодействуют с материалом, при этом разбивают его и истирают.

Полученный таким образом тонкий помол способствует более уплотненной упаковке частиц при образовании гранулы и улучшает процесс спекания. [12]

Затем, после тонкодисперсного измельчения порошок подается на грануляцию, где совершается образование гранул размером менее 2 мм. Данная операция осуществляется в смесителях-грануляторах с использованием связующих, а также реагентных веществ. Гранулирование содержит две стадии, протекающих в общем резервуаре – гомогенизацию и формирование гранул. Частицы тонкодисперсного порошкового материала в данном резервуаре соударяются друг с другом и распыляются в крутящемся состоянии, а затем уже целиком смешиваются. Таким образом, влажный материал со временем преобразуется в однородные небольшие гранулы, а после подается на выпускное отверстие. Диаметр образованных гранул зависит от свойств использованного сырья, метода его подготовки, а также времени, отведенного на формирование гранул.

Далее сгранулированное изделие подвергают обжигу во вращающейся печи. Она, в свою очередь, выглядит как цилиндрический барабан, немного наклоненный под углом к горизонтали, медленно вращающийся вокруг собственной оси. Идущий на обжиг материал поступает в верхнюю часть цилиндра. Так как печь вращается, гранулы постепенно передвигаются в нижний конец.

Во период обжига протекает процесс спекания, который и определяет большинство эксплуатационных характеристик керамических пропантов. Как правило, температура обжига для керамических пропантов имеет значение до 1450 °С. [12]

Затем, остывшие гранулы поступают на вибросито для разделения их на фракции. Предпочтение при выборе фракций отдается исходя из условий и характеристик эксплуатации пропантов. После этого изделия упаковываются и поступают на хранение.

1.7 Процессы фазообразования керамических материалов

Свойства керамических расклинивающих материалов (такие как прочность, округлость, кислотная стойкость, сферичность и др.) зависят непосредственно от фазового состава. Характер образования фаз, последовательность данных процессов и их источники оказывают прямое воздействие на характеристики пропантов.

Глины состоят из нескольких минералов. А их пропорциональное соотношение между собой влияет на течение полиморфных и фазовых превращений, а также на происхождение кристаллической и стекловидной фаз. [13]

Исходя из вышеперечисленного, рассмотрение процессов, которые происходят в ходе спекания глины с каолином, обеспечит выбор наиболее подходящих как режимов обжига, так и состава смеси с целью получения алюмосиликатной керамики с требуемыми эксплуатационными характеристиками.

1.7.1 Характеристика системы $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$

Основными составляющими для создания трехкомпонентных диаграмм считаются: треугольник концентраций, разнообразные пограничные кривые вместе с содержащимися полями кристаллизации, линии изотерм, а также бинодальные кривые и точки составов с входящими в диаграмму химических соединений.

Для изображения концентраций в тройной системе существуют различные методы. Наиболее удобен из них метод треугольника концентраций Гиббса. В этом случае используется равносторонний треугольник, вершины которого отвечают чистым компонентам А, В и С. Стороны треугольника соответствуют составам двухкомпонентных систем АВ, ВС и АС. Для удобства концентрацию каждого компонента

откладывают на одной из сторон. Так, концентрация компонента А откладывается на стороне ВА от нуля в точке В до 100% в точке А. [13]

На диаграмме все составы рассматриваемой системы сосредоточены внутри треугольника. Для нахождения точки конкретного состава на данном треугольнике концентраций, достаточно знать определения линий треугольника.

Поле данной диаграммы состояния разграничено кривыми на определенное количество площадей, получивших название полей первичной кристаллизации. Каждая область на поле кристаллизации здесь соответствует какому-либо определенному соединению. Также на пограничных кривых на диаграмме происходят процессы, которые подразделяются на конгруэнтные (без образования нового соединения) и инконгруэнтные (с образованием соединения). На конгруэнтных кривых осуществляется физический процесс кристаллизации или плавления, а на инконгруэнтных – протекает химическая реакция, сопровождающаяся как исчезновением на тот момент присутствующих в данной системе фаз, так и образованием новых. [13]

В точке тройной эвтектики в равновесии находятся четыре фазы: три твердых и одна жидкая, система в ней инвариантна. Плоскость постоянных температур, проходящих через точку тройной эвтектики, является поверхностью солидуса. Она показывает температуры начала плавления тройных смесей при нагревании.

На трехкомпонентной диаграмме также используются изотермы – изображаются они в виде своеобразных линий, равных конкретной температуре. Фазовый состав этого соединения при определенной температуре находится между поверхностями линий солидуса с ликвидусом. При этом содержание твердой фазы обуславливается солидусной диаграммой, а содержание жидкой – с помощью выстраивания линий кристаллизации. [14]

Положение точки конкретного состава находят путем определения точки, полученной пересечением линий, относящихся к постоянному составу двух компонентов. Допустим, задан определенный состав: содержание компонента В равно 60 % и компонента А содержится 10 % (вычисляя разность компонентов, находится содержание в системе компонента С, которое будет, соответственно, иметь значение 30 %). Далее для определения точки состава нужно начертить первую линию, которая будет соответствовать составам с содержанием компонента В в 60 %, а затем вторую линию, соответствующую составам с содержанием 10 % известного нам компонента А. Полученная таким образом точка пересечения линий и будет являться искомой точкой изначально заданного состава. [13]

В случае, когда известно размещение точки на данном треугольнике концентраций, то состав ее находится обратным путем: используя данную точку, чертят через нее линии, которые будут параллельны имеющимся сторонам треугольника. Затем, по величине длины отсекаемых отрезков и устанавливают концентрацию имеющихся компонентов.

Если же точка заданного нам состава находится на какой-либо стороне треугольника, то в таком случае эта точка будет уже принадлежать к частной определенной двухкомпонентной системе. А ее состав будет находиться таким же образом, как на этих двухкомпонентных диаграммах.

Имеющаяся на данный момент диаграмма состояния системы $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$, учитывающая основные сведения всего комплекса исследований в ней, представлена по данным Э. Осборна и А. Муана (рисунок 1.3). [13]

Несмотря на большое количество полей кристаллизации на диаграмме состояния (2 тройных соединения, 10 двойных и 3 однокомпонентных), она не относится к числу сложных. Данная ситуация объясняется тем, что данные тройные соединения имеют конгруэнтный вид плавления.

В рассматриваемой системе формируются только два вида тройных соединений, имеющих конгруэнтные плавления. Рассмотрим их далее.

Анортит $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, — плавится при 1553°C . Существует в трех модификациях: триклинной, ромбической и гексагональной. Гексагональная модификация образуется при кристаллизации стекла состава анортита при 1350°C , а ромбическая — при 950°C . Анортит образует непрерывный ряд твердых растворов с альбитом $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$. [13]

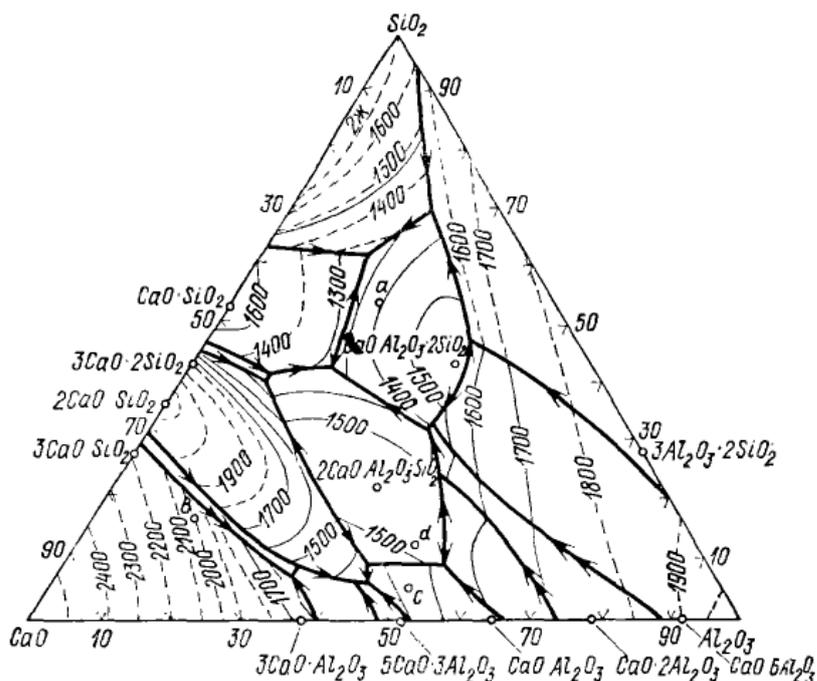


Рисунок 1.3 – Диаграмма состояния системы $\text{CaO} — \text{Al}_2\text{O}_3 — \text{SiO}_2$ [13]

Геленит $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ — плавится при 1593°C . Имеет тетрагональную сингонию. Неустойчив к кислотам. Дает непрерывный ряд твердых растворов с окерманитом $\text{MgO} \cdot 2\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$, которые называются мелилитом. [13]

В условиях высоких давлений в системе образуются еще два тройных соединения — гроссуляр $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$ и пироксен $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$. Гроссуляр встречается в природе, обладает кубической сингонией. [13]

Из двойных соединений поля кристаллизации в системе имеют [14]:

- примыкающие к стороне $\text{CaO} — \text{SiO}_2$: соединения CaOSiO_2 , $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$, $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ и $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$;

- примыкающие к стороне $\text{CaO—Al}_2\text{O}_3$: соединения $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$, $5\text{CaO}\cdot3\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{CaO}\cdot2\text{Al}_2\text{O}_3$ и $\text{CaO}\cdot6\text{Al}_2\text{O}_3$;
- примыкающие к стороне $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—SiO}_2$: муллит $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot2\text{SiO}_2$.

Существуют еще три области кристаллизации однокомпонентных соединений: SiO_2 , CaO и Al_2O_3 .

Наиболее легкоплавкие эвтектики примыкают к области кристаллизации анортита и геленита — это эвтектики с температурами плавления 1170, 1265 и 1310°. [14]

К инконгруэнтным относятся только пограничные кривые между полями кристаллизации:

- $3\text{CaO}\cdot2\text{SiO}_2$ и $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$;
- $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ и CaO ;
- $\text{CaO}\cdot6\text{Al}_2\text{O}_3$ и Al_2O_3 ;
- $\text{CaO}\cdot2\text{Al}_2\text{O}_3$ и $\text{CaO}\cdot6\text{Al}_2\text{O}_3$.

Вдоль этих кривых наблюдается растворение ранее выпавших кристаллов.

Несколько специфична пограничная кривая между $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ и CaO . По положению точки состава $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ в поле кристаллизации CaO она должна быть инконгруэнтной. Однако инконгруэнтной она является лишь частично. В точке касания с этой пограничной кривой касательной, проведенной из точки состава $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$, инконгруэнтная пограничная кривая переходит в конгруэнтную.

1.7.2 Характеристика структуры и свойств муллита

Природный муллит характеризуется составом $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$. Известно, что муллит обладает переменным составом, поэтому соотношение оксида алюминия и оксида кремния в веществе может варьироваться в достаточно широких пределах.

Известен непрерывный ряд твердых растворов $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 - 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$. Кристаллы муллита представлены в виде ромбической сингонии. Ему свойственна немалая совокупность изоморфных замещений. Среди них особо выделяют вещества, подобные кремнию и алюминию, участвующие в формировании твердых растворов вместе с муллитом. [15]

Вид кристаллов носит призматический игольчатый характер. В чистом виде имеет бесцветную окраску. Такие примеси как оксид хрома (Cr_2O_3) и оксид железа (Fe_2O_3) могут окрашивать муллит в зеленоватый цвет и красно-бурый соответственно. Обладает совершенной спайностью и стеклянным блеском. Имеет значение твердости 7-7,5 согласно шкале Мооса. Муллит не реагирует с кислотами, при этом, разлагается при помощи сплавления вместе с едкими щелочами, а также карбонатами щелочей. Дает качественную реакцию на алюминий, реагируя с азотнокислым соединением кобальта. В условиях восстановительной среды обычно разлагается около 1200°C . А в условиях воздушной атмосферы муллит имеет предел устойчивости со значением 1800°C , а в вакууме имеет значения $1500-1700^\circ\text{C}$. Температура его плавления – 1850°C . [15]

В природе муллит встречается довольно редко. Был обнаружен в продуктах пирометаморфизма. Известно, что, находясь в тесной ассоциации с силлиманитом, муллит имеет свойство образовываться путем разложения мусковита при влиянии термального метаморфизма. Муллит образовывается при разложении большинства алюмосиликатов, в том числе каолинита.

Муллит входит является частью различных видов алюмосиликатных огнеупоров. Он обладает средней теплопроводностью, достаточно высоким сопротивлением сжатию, а также устойчивостью к коррозии даже при высоких значениях температур. Сам муллит и, соответственно, муллитовая керамика являются огнеупорными материалами, характеризующиеся высокой устойчивостью к температурному воздействию (обладают низким коэффициентом термического расширения).

1.8 Фазовые изменения, происходящие при нагревании каолина

С целью анализа процессов, которые протекают при нагревании каолина, обычно выполняется дифференциальный термический анализ, результаты одного из которых видны на рисунке 1.4.

На кривой ДТА наблюдают два эндотермических эффекта. Данный эффект происходит, как правило, из-за расхода тепловой энергии для процесса отщепления молекулы воды.

Эндотермические эффекты в области 70-120 °С связаны с удалением адсорбированной и межслоевой воды и образованием метакаолинита $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ в результате дегидратации каолинита. [16]

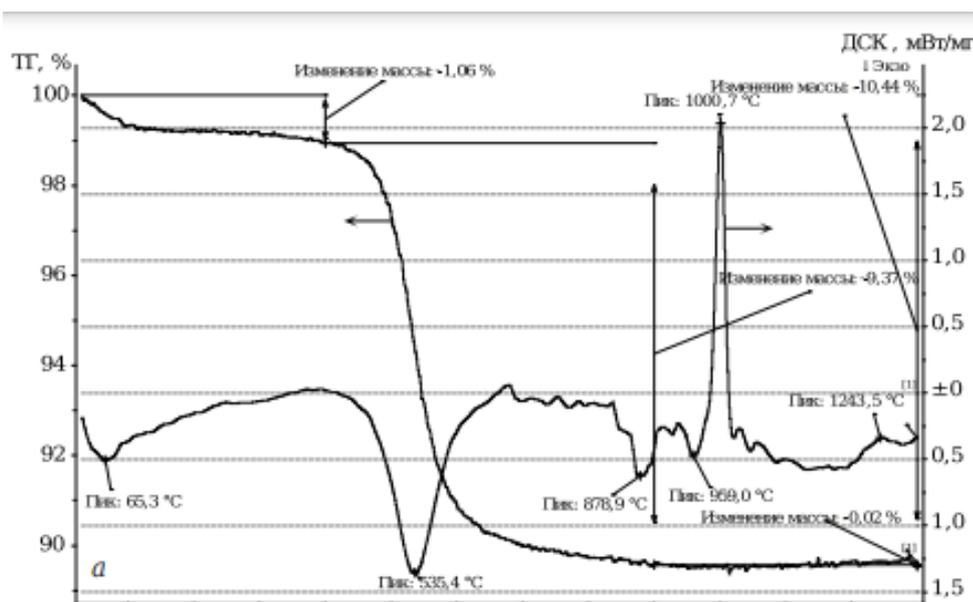


Рисунок 1.4 - Результаты ДТА-анализа каолина фракцией менее 0,063 мм [16]

Второй эффект в области 500–550 °С связан с удалением конституционной воды и разрушением кристаллической решетки. Эндотермические эффекты в области 875 и 960 °С связаны с разложением карбонатов и гидрослюдистых минералов, а также с распадом метакаолинита на первичные оксиды с образованием γ -глинозема и кремнезема. При 1000 °С на диаграмме отмечается резкий экзотермический

пик, связанный с переходом γ -глинозема в α -глинозем и образованием нового минерала – муллита $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. [17]

Известно, что внедрение в каолин разнообразных минерализующих добавок в некоторой мере влияет на ход превращений при воздействии на высоких температурах, а именно на процесс дегидратации каолинита, а также на экзотермический процесс фазовых превращений в продуктах обжига глинистых минералов.

1.9 Спекание алюмосиликатной керамики и способы ее активации

При обжиге керамики протекают различного вида физико-химические процессы: тепловое разложение сырьевых компонентов смеси и химическое взаимодействие между ними, полиморфные переходы между модификациями, взаиморастворение в расплаве одних фаз и образование других. Данные процессы связаны с увеличением или уменьшением каких-либо физических величин, таких как масса, объем, химический и фазовый состав, плотность. [18]

Исходя из вышеописанного, одной из характеристик, по которой и описывают процесс спекания, считается изменение плотности: дисперсный материал признается спекшимся при условии, что в ходе обжига он приобретает наименьшее значение водопоглощения. А затем, уже по данному значению можно делать выводы и о пористости материала.

Для спекшихся изделий величина допустимого водопоглощения определяется назначением и совокупностью требований, которые предъявляют к данным изделиям. Например, материалы некоторых разновидностей технической керамики называют спекшимся при значениях водопоглощения не более 0,02 - 0,03 %, а огнеупорные материалы и класс изделий строительной керамики – при значениях водопоглощения от 1 % и более.

В процессе спекания происходит образование новых контактов между частицами твердой фазы и их рост, уменьшение размера пор и их количества. При этом в ходе данного процесса осуществляется увеличение плотности, слияние изолированных пор, а также рекристаллизационный сдвиг границ между кристаллами, который сопровождается увеличением их размера.

На границе раздела фаз (газ-кристалл, газ-жидкость, жидкость-кристалл) образуется избыточная свободная энергия, она и представляет собой движущую силу процесса спекания. Всякая частица порошка имеет степень кривизны поверхности, являющейся причиной влияния непосредственно на силы поверхностного натяжения. В ходе спекания наблюдается сокращение межфазной поверхности, в результате чего и понижается избыточная энергия. Данная система характеризуется уже наиболее термодинамически устойчивым состоянием, благодаря чему материал упрочняется. [18]

Известно, что процесс спекания значительно интенсифицируется при помощи внесения модифицирующих добавок, а также путем уменьшения размера спекаемых частиц.

В ходе процесса спекания происходит усадка, зависящая от двух факторов – коэффициента диффузии и размера частиц. Тогда, изменяя данные параметры, можно прийти к значительному изменению скорости спекания. Если вводить в изначальную систему смеси модифицирующие добавки, формирующие твердый раствор с конкретным типом структурных дефектов, то коэффициент диффузии соответственно увеличится. При этом, концентрация данных точечных дефектов будет регулироваться содержанием этих добавок.

Также при достаточно большой концентрации точечных дефектов в кристаллической решетке вещества энергия активации рассматриваемого процесса диффузии значительно снижается и характеризуется энергией активации образуемых дефектов. [19]

Так, регулируя сырьевой состав порошков, к примеру, при уменьшении размеров частиц и, тем самым, приближая порошки к монофракционным (менее 1 мкм), можно значительно повлиять на скорость процесса спекания, а также характеристики микроструктуры.

Добавки помогают снизить температуру спекания, добиться определенных свойств требуемого керамического изделия и его микроструктуры.

По виду взаимодействия используемые добавки можно разделить на следующие группы [20]:

- полностью растворимые в кристаллической решетке основного вещества;
- инертные нерастворимые в основном веществе и не взаимодействующие с ним;
- выступающие в химическую реакцию с основным веществом, образуя при этом новое химическое соединение.

Первая группа часто применяются с целью повышения скорости процесса твердофазного спекания, при этом действие ее основано на варьировании концентраций вакансий как в катионной, так и в анионной части подрешеток кристалла. Возникновение вакансий при внедрении добавок, как правило, всегда содействует спеканию. [20]

Добавки следующей группы помогают снизить избыточную поверхностную энергию и обычно являются причиной замедления спекания.

И, наконец, добавки третьей группы обладают либо ускоряющими свойствами, либо замедляющими. При влиянии на рекристаллизацию исходят от типа нового соединения. Так, при внедрении около 1 % добавки оксида магния в керамику, основным составляющим которой является оксид алюминия, образующиеся маленькие кристаллы шпинели ухудшают передвижение межкуристаллических границ, понижая их значения поверхностной энергии, тем самым являясь причиной изготовления

мелкокристаллической керамики, характеризующейся достаточно высокой прочностью и низким содержанием в ней закрытых пор. [20]

Для обеспечения наиболее эффективного воздействия на процессы спекания добавки, вне зависимости от их разновидности и характера взаимодействия, необходимо равномерно распределять.

Наиболее перспективными с целью регулирования процессов твердофазного спекания признаны модифицирующие добавки, которые образуют твердые растворы. Внедрение данных добавок при применении порошков, содержащих частицы размером меньше 1 мкм, до такой степени ускоряет процесс спекания, что удаление пор согласно пластической деформации осуществляется быстрее роста самих кристаллов, который тем самым начинается, когда подавляющая часть пор практически удалена.

2 ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Целью данной работы является теоретическое прогнозирование физико-химических и технологических процессов в производстве керамических материалов и изделий с повышенными характеристиками прочности на основе низкокачественного глинистого сырья. Для этого использовались такие современные методы исследования как рентгенофазовый анализ, дифференциально-термический анализ, определение водопоглощения и т.д.

2.1 Рентгенофазовый анализ

Рентгеновский метод фазового анализа основан на том, что каждое кристаллическое вещество дает специфическую интерференционную картину с определенным количеством, расположением и интенсивностью интерференционных линий, которые определяются природой и расположением атомов в данном веществе. Ввиду того, что практически нет двух идентичных по кристаллической структуре веществ, получаемые рентгенограммы достаточно точно характеризуют определенное вещество и только его.

Каждое вещество в составе смеси множества веществ показывает индивидуальный образ рентгеновской дифракции, не похожий на другие и не завися от них. [21]

Полученная таким образом рентгенограмма смеси веществ выглядит как суммарный ряд рентгенограмм, получившихся в результате съемки на одну пленку последовательно каждого из веществ по отдельности.

Рентгеновское излучение (РИ) занимает участок электромагнитного спектра от сотен до долей ангстрема и является жестким коротковолновым излучением. Расстояние между атомами в кристаллической решетке соизмеримо с длиной волны рентгеновского излучения, поэтому кристалл может рассматриваться как дифракционная решетка. [21]

Известные в этой области ученые Вульф Г.В. и Брэгги У.Л. доказали, что образующийся дифрагированный луч возможно расценивать как результат отображения от одной какой-либо плоскости внутри атомной решетки. Каждая трехмерная решетка тогда будет рассматриваться как комплекс безграничного количества параллельных друг другу атомных плоскостей, эквидистантных друг другу. Рентгеновское излучение попадает внутрь кристалла, по этой причине отображение луча станет происходить с каждой из атомных плоскостей.

Таким образом, уравнение Вульфа – Брэгга будет описываться следующей формулой [21]:

$$2d\sin(\theta) = n\lambda, \quad (2.1)$$

где d – расстояние между плоскостями кристалла, нм;

θ – угол, образующийся в результате падения в плоскость образца самого рентгеновского луча, град;

n – порядок отражения;

λ – длина падающего рентгеновского луча, нм.

Используя данное уравнение, можно рассчитать значения величин межплоскостных расстояний, представляющих качественную характеристику конкретной кристаллической решетки.

Исполнение условий уравнения регистрируется на дифрактограммах появлением максимумов, или пиков, интенсивности. Эта интенсивность максимума соответствует интенсивности отображенного луча, которая, в свою очередь, находится в зависимости от заселенности данной атомной плоскости.

В ходе работы проводился анализ исходных материалов и продуктов процесса обжига на дифрактомере типа ДРОН-3М с использованием рентгеновских трубок типа БСВ-24 (длина волны $\lambda = 0,154056$ нм). Определяющими характеристиками для съемки являлись: скорость – 4 град/мин, анодо-катод с напряжением 35 кВ, сила анодного тока – 25 мА.

Главная цель расшифровки рентгенограмм – вычисление значений d/n (d), а также относительных интенсивностей полученных рефлексов. [21]

Методика для расшифровки рентгенограмм включает в себя следующие вычисления: нахождение угла 2θ , соответствующего определенному рефлексу (для этого измеряют величину расстояния от максимальной длины пика до наиболее близкой реперной линии, которой отвечает меньший угол и суммируют со значением угла для этой же реперной линии, отвечающее данному расстоянию разницу между углом 2θ и максимумом рефлекса). Согласно определенному значению величины угла 2θ находят угол θ и далее по нему, используя справочные таблицы, вычисляют межплоскостное расстояние, которое будет соответствовать данному анализируемому пику. Также значение d определяется путем вычислений из самого уравнения 2.1.

Нахождение относительной интенсивности полученных рефлексов производят, сначала определяя площадь между базисной линией и контуром каждого максимума, при этом интенсивность для максимального пика принимают за 100. Далее определяют относительные интенсивности других пиков. Их вычисляют как отношение площади определенного пика к площади наибольшего пика.

Также площадь пика можно с приближением рассчитать, помножив значение высоты пика на его ширину на отметке половины его высоты. [21]

2.2 Дифференциально-термический анализ

Дифференциально-термический анализ (ДТА) основан на регистрации тепловых изменений, происходящих в нагреваемом веществе, в виде кривой на системе координат: ось ординат показывает изменение разности температур между образцом и термическим эталоном, в то время как ось абсцисс показывает изменение температуры окружающей среды.

Таким образом зарегистрированная кривая именуется кривой ДТА (рисунок 2.1).

Общая теория описания кривых ДТА была разработана А. П. Греем еще в 1968 г.

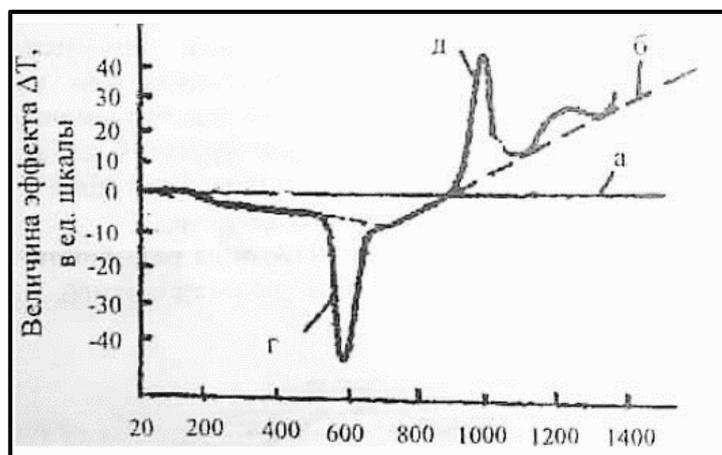


Рисунок 2.1 – Дифференциальная кривая нагревания каолинита: а - нулевая линия; б - базовая линия; г - эндотермический эффект, д - экзотермический эффект [22]

Тепловые эффекты, возникающие на кривой дифференциально-термического анализа, интерпретируются следующим образом [22]:

- Если при нагревании вещество не подвергается превращениям, то разность температур в данном случае будет равна нулю ($\Delta T = 0$) и кривая ДТА будет регистрироваться в виде прямой линии, совмещающей с осью абсцисс, и называться соответственно нулевой линией (рисунок 2.1, а).
- Если исследуемое вещество будет отличаться от эталона собственными теплофизическими свойствами, тогда можно увидеть отклонение кривой записи от начального положения, а далее параллельное оси направление или под определенным углом к ней. Данная линия будет именоваться как базовая линия (рисунок 2.1, б).
- Если в рассматриваемом образце при нагревании будет происходить превращение (фазовое или химическое), с

поглощением (выделением) тепла, тогда будет образовываться разность температур между исследуемым образцом и эталоном. В данном случае значение этой разности будет пропорционально числу поглощенного (выделенного) тепла. Эта разница температур фиксируется отклонением кривой вверх или вниз относительно базовой линии. В таком случае это отклонение будет иметь название термический эффект. При этом они будут разделяться на эффекты с поглощением тепла и регистрацией на кривой ниже базисной линии – эндотермическими (рисунок 2.1, г), и с выделением тепла и отражаемые на кривой выше базисной линии –экзотермическими (рисунок 2.1, д).

Обработка результатов в данном анализе, как правило, состоит в следующем: на основе полученных данных на миллиметровой бумаге, строят график кривой ДТА исследуемого вещества, после этого на ней графическим методом находят температуру наибольшей точки каждого термоэффекта. Затем определяя величину получившихся температур, а также знаки термоэффектов и используя таблицы уже определяют минералы, находящиеся в данном исследуемом веществе, и благодаря полученным результатам дают объяснение регистрируемых отклонений от табличных значений.

2.3 Определение водопоглощения

Водопоглощение есть отношение массы воды, поглощенной пористым телом при его полном насыщении, к массе сухого образца. Водопоглощение обозначается в виде буквы В и выражается в процентах. [23]

Методика проведения испытаний на водопоглощение состоит из следующих операций. У изначально подготовленных образцов (предпочтительно не меньше трех) взвешивают поочередно на весах массу

с точностью измерений до 0,001 г. Для насыщения водой пор образцов обычно применяют кипячение или же метод вакуумирования.

Метод кипячения. С целью насыщения пор кипячением сухие прежде взвешенные образцы ставят на подставке со специальными отверстиями в своего рода резервуар, который постепенно наполняют водопроводной водой таким образом, чтобы вода примерно на 2 - 3 см покрывала поверхность образцов. Далее их продолжительностью около 2 - 3 часов подвергают кипячению. Испарившуюся долю воды требуется возмещать, потому что кипячение образцов, которые не до конца погружены в воду, может привести к значительным ошибкам. Затем в воде образцы остужают до комнатной (около 25 °С) температуры. [23]

Далее образцы, уже насыщенные жидкостью, опять взвешивают поочередно с точностью измерений до 0,001 г, используя технические весы.

Затем рассчитывают величину водопоглощения с точностью измерений до 0,1 %, применяя формулу [23]:

$$B = \frac{m_1 - m}{m} \cdot 100, \quad (2.2)$$

где m – масса сухого образца, г;

m_1 – масса образца после кипячения, г.

2.4 Определение воздушной и огневой усадки

В ходе процесса сушки изделий из керамики, которые содержат в себе технологическую связку, обычно случается сокращение их объема, в особенности существенное для продукта, содержащего в составе глину, получаемого методом пластического формования либо методом шликерного литья.

Изменение размеров изделий в процессе сушки зовется воздушной усадкой.

Уменьшение объема керамических изделий в ходе их высушивания случается из-за сближения частиц веществ в составе под воздействием таких сил как капиллярное давление, межмолекулярное притяжение, а также осмотическое давление, увеличивающихся пропорционально процессу испарения находящихся между частицами водных прослоек. Значительное место в усадке занимает во многом сокращение собственного размера частиц минералов, включающих межплоскостную воду. [23]

Существенная воздушная усадка изделий в сушке считается одной из основных причин их растрескивания, совершающихся в следствие внутренних напряжений, превосходящих силы связности данной керамической массы. [23]

Значение воздушной усадки находится в прямой пропорциональности с пластичностью глин, по величине которой можно также, пусть и косвенно, делать выводы о сушильных характеристиках того или иного глинистого сырья.

Соответственно, можно заметить, что чем больше значение величины усадки изделия, тем более чувствительна глина будет к сушке. Известно, что значение величины воздушной усадки для изделий из глины, как правило, находится в промежутке 6-10 %.

С целью уменьшения величины воздушной усадки нашло широкое применение песка, шамота и прочего в качестве отощающих материалов для глин.

Величина линейной усадки для высокопластичных и среднепластичных глин имеет значения более 10 %, для умеренопластичных глин – от 6 до 10 %, и, в свою очередь, для малопластичных и непластичных глин величина линейной усадки составляет менее 6 %. [23]

Нельзя не отметить, что на величину воздушной усадки также могут влиять и условия сушки. Например, при естественных условиях и достаточно медленной сушке уменьшение размеров изделий будет

существеннее, чем при условиях искусственной сушки и наиболее стремительным повышением температуры.

Нахождение воздушной усадки, как правило, производят согласно ГОСТ 19609.20-89. Выполняют это следующим образом: раскатывают скалкой (деревянной или металлической) пласт глины, далее вырезают из нее плиточки размером 50x50 мм. Затем на них наносят своеобразные взаимно перпендикулярные насечки. После того, как образцы высушат, при помощи штангенциркуля на них между нанесенными метками измеряют расстояние.

Воздушная усадка измеряется в процентах и определяется по формуле [23]:

$$\alpha_{\text{лин}}^{\text{в}} = \frac{l_0 - l_1}{l_0} \cdot 100, \quad (2.3)$$

где l_0 – расстояние между нанесенными метками на прежде сформованном образце, мм;

l_1 – расстояние между нанесенными метками уже на высушенном образце, мм.

Также есть понятие как огневая усадка – это изменение линейных размеров изделия при обжиге, измеряется в процентах. Огневая усадка определяется по формуле [23]:

$$\alpha_{\text{лин}}^{\text{ог}} = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \cdot 100, \quad (2.4)$$

где l_1 – расстояние между метками у высушенного образца, мм;

l_2 – расстояние между метками у обожженного образца, мм.

Для определения огневой усадки измерения осуществляют, используя минимум три образца, а после вычисляют искомое как среднеарифметическое трех замеров.

2.5 Определение предела прочности образца при сжатии

Определение предела прочности образцов состоит в регистрации максимального напряжения, выдерживаемого ими без разрушения.

При данных испытаниях используется такая характеристика как прочность при сжатии – максимально испытываемое сжимающее напряжение образца, которое он переносит до разрушения. Как правило, в качестве образцов используются кубики, в данном случае обожженные при разных температурах. [23]

До самих испытаний у образцов измеряют штангенциркулем площадь. Затем образец фиксируется в центре используемой опорной плиты, после прижимается верхней частью плиты пресса (она обязательно должна плотно примыкать к самой верхней грани изделия). Нагрузка на кубик должна увеличиваться постоянно и равномерно. Далее регистрируется максимально достигнутое показание манометра и записывается.

Предел прочности образца при сжатии, МПа, определяется по формуле [23]:

$$\sigma_{сж} = \frac{P \cdot S_1}{S_2} \cdot 0,1, \quad (2.5)$$

где P – это показания манометра при измерении, кгс/см²;

S_1 – это площадь поршня манометра, см²;

S_2 – это площадь испытываемого образца, см².

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

4.1 Планирование научно-исследовательских работ

4.1.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для выполнения научных исследований формируется рабочая группа, в состав которой могут входить научные сотрудники и преподаватели, инженеры, техники и лаборанты. По каждому виду запланированных работ устанавливается соответствующая должность исполнителей.

Порядок этапов работ и распределение исполнителей для данной научно-исследовательской работы приведен в таблице 4.1.

Таблица 4.1. Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Научный руководитель
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Студент
	4	Календарное планирование работ по теме	Научный руководитель, студент

Основные этапы	№раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Научный руководитель, студент
	6	Проведение экспериментов	Студент
	7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Научный руководитель, студент
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка полученных результатов	Научный руководитель, студент
	9	Определение целесообразности проведения ВКР	Научный руководитель, студент
Проведение ВКР			
Разработка технической документации и проектирование	10	Разработка технологии получения пропанта	Научный руководитель
Изготовление и испытание опытного образца	11	Получение опытных образцов	Студент
	12	Лабораторные испытания опытных образцов	Студент
Оформление комплекта документации по ВКР	13	Составление пояснительной записки	Студент

4.1.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Определение ожидаемой (средней) трудоемкости выполнения:

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

Где $t_{\text{ож}i}$ – наиболее вероятное время в течение, которого должна быть выполнена работа, чел-дни; $t_{\text{min}i}$ – минимальное время для выполнения данного этапа при благоприятном стечении обстоятельств, чел-дни; $t_{\text{max}i}$ – максимальное время для выполнения данного этапа при неблагоприятном стечении обстоятельств, чел-дни.

Исходя из ожидаемой трудоемкости, рассчитывается продолжительность каждой работы в рабочих днях:

$$T_{pi} = \frac{t_{ожi}}{Ч_i}, \quad (4.2)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дней; $t_{ожi}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел-дни; $Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.1.3 Разработка графика проведения научного исследования

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

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{кал} \quad (4.3)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях; T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях; $k_{кал}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{кал} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{пр}} \quad (4.4)$$

где $T_{кал}$ – количество календарных дней в году; $T_{вых}$ – количество выходных дней в году; $T_{пр}$ – количество праздничных дней в году.

В 2021 году 365 календарных дней, из них 105 выходных для и 14 праздничных дней. Тогда коэффициент календарности равен:

$$k_{кал} = \frac{365}{365 - 105 - 20} = 1,48.$$

В таблице 4.2 представлены временные показатели проведения научно- исследовательской работы.

Таблица 4.2 – Временные показатели проведения научного исследования

№	Название работ	Трудоемкость работ						Исполнители	Т _р , раб. дн.		Т _{кi} , кал. дн.	
		t _{min} , чел-дн.		t _{max} , чел-дн.		t _{ож} , чел-дн.			Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2					
1	Составление технического задания	0,1	0,1	1	1	0,46	0,46	НР	0,23	0,23	0,34	0,34
		0,1	0,1	1	1	0,46	0,46	С	0,23	0,23	0,34	0,34
2	Выбор направления исследований	0,5	0,5	2	2	1,1	1,1	НР	1,1	1,1	1,63	1,63
3	Подбор и изучение материалов	7	7	14	14	9,8	9,8	С	9,8	9,8	14,5	14,5
4	Календарное планирование работ по теме	1	1	2	2	1,4	1,4	НР	0,7	0,7	1,0	1,0
		1	1	2	2	1,4	1,4	С	0,7	0,7	1,0	1,0
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	3	3	5	5	3,8	3,8	НР	1,9	1,9	2,81	2,81
		3	3	5	5	3,8	3,8	С	1,9	1,9	2,81	2,81
6	Проведение экспериментов	20	20	28	28	23,2	23,2	С	23,2	23,2	34,34	34,34
7	Сопоставление результатов с теоретическими исследованиями	1	1	1,5	1,5	1,2	1,2	НР	0,6	0,6	0,89	0,89
		1	1	1,5	1,5	1,2	1,2	С	0,6	0,6	0,89	0,89
8	Оценка полученных результатов	2	2	4	4	2,8	2,8	НР	1,4	1,4	2,07	2,07

№	Название работ	Трудоемкость работ						Исполнители	Т _р , раб. дн.		Т _{кi} , кал. дн.	
		t _{min} , чел-дн.		t _{max} , чел-дн.		t _{ож} , чел-дн.			Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2					
9	Определение целесообразности проведения ВКР	2	2	4	4	2,8	2,8	НР	1,4	1,4	2,07	2,07
		2	2	4	4	2,8	2,8	С	1,4	1,4	2,07	2,07
10	Разработка технологии	1	1	2	2	1,4	1,4	НР	1,4	1,4	2,07	2,07
11	Получение опытных образцов	12	12	16	16	13,6	13,6	С	13,6	13,6	20,13	20,13
12	Испытания опытных образцов	3	3	4	4	3,4	3,4	С	3,4	3,4	5,03	5,03
13	Составление пояснительной записки	13	13	16	16	14,2	14,2	С	14,2	14,2	21,02	21,02

НР – Научный руководитель; С – студент.

На основе таблицы 4.2 был построен календарный план-график в виде диаграммы Ганта (таблица 4.3).

Таблица 4.3 - Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работы	Исполнители	$T_{ки}$, дней	Месяц												
			февраль			март			апрель			май			
			1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2		
Составление технического задания	Научный руководитель, студент	0,34													
Выбор направления исследований	Научный руководитель	1,63													
Подбор и изучение материалов	Студент	14,5													
Календарное планирование работ	Научный руководитель, студент	1,0													
Проведение теоретических расчетов и обоснований	Научный руководитель, студент	2,81													
Проведение экспериментов	Студент	34,34													
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Научный руководитель, студент	0,89													
Оценка полученных результатов	Научный руководитель, студент	2,07													

Вид работы	Исполнители	T_{ki} , дней	Месяц										
			февраль			март			апрель			май	
			1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
Определение целесообразности проведения ВКР	Научный руководитель, студент	2,07											
Разработка технологии	Научный руководитель	2,07											
Получение опытных образцов	Студент	20,13											
Испытания опытных образцов	Студент	5,03											
Составление пояснительной записки	Студент	21,02											

Научный
руководитель

Студент



4.1.4 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

4.1.4.1 Материальные затраты

Результаты расчета затрат на сырье в процессе проведения НИР представлены в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Затраты на материалы

Наименование	Количество, кг	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, З _м , руб.
Глина	3,5	265	925,5
Щебень Павловский	1,4	185	259
Щебень Белгородский	1,4	185	259
Диабаз	1,4	164	229,6
Итого			1673,1

4.1.4.2 Расчет затрат на оборудование для научно-экспериментальных работ

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании учитываем только рабочие дни по данной теме. Амортизация оборудования рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{C_n \cdot H_a \cdot n}{100 \cdot k} \quad (4.5)$$

где C_n – первоначальная стоимость оборудования; H_a – норма амортизации, %;

n – число проработанных месяцев; k – количество месяцев в году.

Число проработанных месяцев n берем из расчета того, что на НТИ инженером было затрачено 1248 ч = 1,73 месяца.

Расчет амортизации оборудования представлен в таблице 4.5.

Таблица 4.5 - Расчет амортизации оборудования

Наименование оборудования	С _н , руб	Н _а , %	А, руб
Весы аналитические Веста В 153	24190	10	34874
Весы аналитические Веста ВМ 1502	25960	10	374,26
Пресс гидравлический	17000	8	196,07
РФА- установка ДРОН-3М	180000	12	3114
ДТА- установка STA 449 F3 Jupiter	3000000	12	51900
Печь камерная	70000	12	1211
Итого			91669,33

Затраты на электроэнергию учитываются только на технологические цели, так как затраты на освещение и другие цели связаны с общеустановленными расходами (таблица 4.6).

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$Z_3 = N \cdot T \cdot C, \quad (4.6)$$

где N – потребляемая мощность установки, кВт;

T – время работы оборудования, ч;

C – стоимость 1кВт·час электроэнергии (2,81 рублей).

Таблица 4.6 – Расчет затрат на электроэнергию

Наименование оборудования	N, кВт	T, ч	Затраты, руб.
Весы аналитические Веста В 153	0,40	24	27
Весы аналитические Веста ВМ 1502	0,40	24	27
Пресс гидравлический	3,50	14	138
Установка ДРОН-3М	1,50	6	25
Установка STA 449 F3 Jupiter	1,50	3	13
Печь камерная	3,00	192	1619
Итого			1849

4.1.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы

Статья включает основную заработную плату и дополнительную заработную плату. Также включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 – 30 % от тарифа или оклада:

$$Ззп = Зосн + Здоп , \quad (4.7)$$

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

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

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

$$Зосн = Здн \cdot Тр , \quad (4.8)$$

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

$З_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб;

$Тр$ – продолжительность работ, выполняемых научно – техническим работником, раб. дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$З_{дн} = \frac{З_{м} \cdot М}{F_{д}} , \quad (4.9)$$

где $З_{м}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

$М$ – количество месяцев работы без отпуска в течение года;

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

В таблице 4.7 приведен баланс рабочего времени каждого работника НТИ.

Таблица 4.7 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Научный руководитель	Студент
Календарное число дней	140	140
Количество нерабочих дней		
выходные дни:	16	16
праздничные дни:	6	6
Показатели рабочего времени	Научный руководитель	Студент
Потери рабочего времени		
отпуск:	0	0
невыходы по болезни:	0	0
Действительный годовой фонд рабочего времени	118	118

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p, \quad (4.10)$$

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

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

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

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

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.8.

Таблица 4.8. Расчет основной заработной платы

Исполнители	Категория	k_T	$Z_{тс}$, руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб	$Z_{дн}$, руб.	Тр, раб. Дн.	$Z_{осн}$, руб.
Научный руководитель	Доцент, к.т.н.	0,3	25000	0,3	0,35	1,3	53625	2122	32,5	68974
Студент	Лаборант	0,3	8000	0,3	0,35	1,3	17160	679	62	42106
Итого $Z_{осн}$										111080

Общая заработная исполнителей работы представлена в таблице 4.9.

Таблица 4.9 - Общая заработная плата исполнителей

Исполнитель	$Z_{осн}$, руб.	$Z_{доп}$, руб.	$Z_{зп}$, руб.
Научный руководитель	68974	10346	79320
Студент	42106	6316	48422

4.1.4.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Величина отчислений во внебюджетные фонды рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (4.11)$$

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

В таблице 4.10 представлены сведения об отчислениях во внебюджетные фонды.

Таблица 4.10 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Научный руководитель проекта	68974	10346
Студент	42106	6316
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,305	
Итого:	38961	

4.1.4.5 Накладные расходы

Величина накладных расходов определяется по следующей формуле:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{нр}} \cdot (\text{сумма статей } 1 \div 4), \quad (4.12)$$

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

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

Таким образом, накладные расходы на данные НТИ составят:

$$Z_{\text{внеб}} = 0,16 \cdot (1673,1 + 91669,33 + 1849 + 79320 + 48422 + 38961) = 229167,19.$$

4.1.4.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Расчет бюджета затрат НИИ

№	Наименование статьи	Сумма, руб.	
		Исп.1	Исп.2
1	Материальные затраты НИИ	1673,1	
2	Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	91669,33	
3	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	68974	42106
4	Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	10346	6316
5	Отчисления во внебюджетные фонды	38961	
6	Накладные расходы	229167,19	
7	Бюджет затрат НИИ	978425,24	

Как видно из таблицы 4.11, основные затраты НИИ приходятся на накладные расходы.

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

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{ri}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (4.13)$$

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

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

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения.

Интегральный показатель ресурсоэффективности рассчитывается как:

$$I_{ri} = \sum a_i \cdot b_i \quad (4.14)$$

где I_{ri} – интегральный показатель ресурсоэффективности;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i – балльная оценка i -го варианта исполнения разработки.

В таблицах 4.12 и 4.13 соответственно представлены сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта и сравнительная эффективность разработки.

Таблица 4.12 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
1. Сложность технологии	0,10	3	3	3
2. Диэлектрические свойства	0,25	4	5	4
3. Теплофизические свойства	0,15	4	5	4
4. Энергосбережение	0,25	5	4	5
5. Материалоемкость	0,25	5	3	4
Итого	1			

Таблица 4.13 - Сравнительная эффективность разработки

Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
	4,40	4,05	4,15

Из расчетов выявлено, что текущий проект по интегральному показателю ресурсоэффективности вариантов является выгодным и превосходит аналоги. Так как данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным.

В целом, данный проект является перспективным с точки зрения ресурсопотребления, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых характеристик.