

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

Институт Социально-гуманитарных технологий

Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов

Кафедра Материаловедение в машиностроении

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе диоксида циркония

УДК 666.3:661.88

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б30	Чжан Нань		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Матренин Сергей Вениаминович	К.Т.Н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Попова Светлана Николаевна	К.Э.Н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Штейнле Александр Владимирович	К.М.Н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Материаловедение в машиностроении	Панин С.В.	Д.Т.Н., профессор		

Томск – 2017 г.

Планируемые результаты обучения по ООП 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов (бакалавриат)

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
P1	Применять основные положения и методы гуманитарных наук при решении социально-общественных и профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P2	Использовать современное информационное пространство при решении профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P3	Разрабатывать, оформлять и использовать техническую документацию, включая нормативные документы по вопросам интеллектуальной собственности в области материаловедения и технологии материалов
P4	Проводить элементарный экономический анализ ресурсов, технологий и производств при решении профессиональных задач в области материаловедения и технологии материалов
P5	Эффективно работать в коллективе на основе принципов толерантности, использовать устную и письменную коммуникации на родном и иностранном языках в мультикультурной среде
P6	Эффективно выполнять трудовые функции по реализации высокотехнологичных производств материалов и изделий
P7	Проводить комплексную диагностику материалов, процессов и изделий с использованием технических средств измерений, испытательного и производственного оборудования
P8	Готовность к мотивированному саморазвитию, самоорганизации и обучению для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности в области материаловедения и технологии материалов
P9	Успешно использовать методы и приемы организации труда, обеспечивающие эффективное, экологически, социально и технически безопасное производство
P10	Использовать принципы производственного менеджмента и управления персоналом в производственной деятельности в области материаловедения и технологии материалов

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

Институт Социально-гуманитарных технологий

Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов

Кафедра Материаловедение в машиностроении

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой

_____ Панин С. В.

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работы

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б30	Чжан Нань

Тема работы:

Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе диоксида циркония

Утверждена приказом директора ИФВТ

Приказ №2048/С от 22.03.2017

Срок сдачи студентом выполненной работы:

03.06.2017

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

Объектом исследования является керамика на основе ZrO_2 . Исследуются методы активирования спекания (механическая активация порошков в планетарной мельнице, добавление нанопорошков (НП) $Al_2O_3 + Y_2O_3$), структура и физико-механические свойства рассмотрены вопросы социальной ответственности, проведен экономический анализ производства изделий из исследованной керамики.

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	– Аналитический обзор по теме исследования. – Изучение структуры, свойств и применение керамики на основе ZrO_2. – Изучение процессов порошковой технологии. – Активирование процессов спекания керамики на основе оксида циркония. – Заключение по работе
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	– Титульный лист – Актуальность, цель работы – Материалы и методы исследования – Результаты исследований – Заключение
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
<i>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</i>	Попова Светлана Николаевна, доцент НИ ТПУ
<i>Социальная ответственность</i>	Штейнле Александр Владимирович, доцент НИ ТПУ
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
1. Литературный обзор (русский язык)	
2. Экспериментальная часть (русский язык)	
3. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение (русский язык)	
4. Социальная ответственность (русский язык)	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	23.09.2016
--	-------------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Матренин С.В.	К.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б30	Чжан Нань		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа изложена на 93 с., содержит 23 рис., 27 табл., 37 источников.

Ключевые слова: активированное спекание, нанопорошок, плотность прессовок, плотность образцов и наноиндентирование.

Объект исследования – Керамика на основе оксида циркония.

Цель работы – Исследование закономерностей консолидирования керамики на основе диоксида циркония, активированного добавлением в шихту порошки диоксида иттрия и алюминия.

В процессе исследования проводились определение технологических свойств порошков, механическая активация, пластификация, формование и спекание порошков, наноиндентирование спеченных образцов, изучение микроструктуры.

В результате исследования:

Были определены плотность прессовок, плотность спечённых образцов, проведены измерения модуля упругости, микротвердости и прочности на наноинденторе.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики:

Полученные в ходе исследования результаты, могут быть использованы в разработке технологических рекомендаций для производства изделий из оксидной керамики конструкционного и функционального назначения.

Область применения:

Авиакосмическая промышленность, химическая промышленность, машиностроение, радиоэлектроника.

Экономическая эффективность/значимость работы:

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 местных недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых физико-механических характеристик.

В будущем планируется использовать результаты для дальнейших исследований активированного спекания оксидной керамики на основе оксидов алюминия и циркония с целью повышения физико-механических характеристик спеченных материалов.

ABSTRACT

Final qualifying work of the master contains 93 pages, 23 figures, 27 tables, 37 sources.

Keywords: nanopowders, mechanical activation, activated sintering, nanoindentation.

The object of the research is based ceramics Al_2O_3 and ZrO_2 .

Objective - Investigation of consolidation of ceramics based on zirconium dioxide, activated by the addition of the charge powders Al_2O_3 and Y_2O_3 .

The study density compacts were determined density sintered specimens, modulus of elasticity, strength and microhardness nanoindenter.

The basic constructive, technological and technical and operational characteristics: stability and uniformity of the properties of ceramics, product stability to phase transformations during mechanical stress, high level of operational properties of products, reduction of energy consumption in the production of products, improve the ecological purity of production.

The degree of introduction - Results are used to develop structural ceramic materials and tools.

Applications: Aerospace, chemical industry, machine building, electronics.

In the future we plan to use the results for further studies of activated sintering of oxide ceramics based on ZrO_2 - Al_2O_3 in order to improve the physical and mechanical characteristics of sintered materials.

Cost-effectiveness / value of the work - this project is only the beginning of the scientific development and research, the development of an integrated financial measure calculated is not possible. In general, this project is promising in terms of resource consumption, as opposed to unique in the project provides a lower cost to the cost of future production through the use of local low-cost raw materials and the possible achievement of the required physical and mechanical properties.

Оглавление

Введение	10
1 Обзор литературы	12
1.1 Свойства и структура керамики на основе оксида циркония	12
1.1.1 Свойства циркониевой керамики	12
1.1.2 Повышение механических свойств циркониевой керамики путем введения добавок оксидов иттрия, магния, кальция, алюминия.	16
1.2 Методы получения конструкционной и функциональной циркониевой керамики.	22
1.2.1 Получение и свойства керамических порошков	22
1.2.2 Прессование порошков	25
1.2.3 Спекание керамических материалов	31
2 Экспериментальная часть	40
2.1 Объекты и методы исследования	40
2.2 Результаты исследований	46
3 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	56
3.1 Цели и результаты проекта	56
3.2 Организационная структура проекта	57
3.3 Ограничения и допущения проекта	57
3.4 Планирование и график НИР	58
3.5 Календарный план проекта	59
3.6 Составление сметы затрат	61
3.7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	67
4 Социальная ответственность	74
4.1 Техногенная безопасность	74
4.2 Региональная безопасность	79

4.3 Организационные мероприятия обеспечения безопасности	81
4.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений.	85
4.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	86
Заключение	89
Список использованных источников	90

Введение

Техническая керамика – сравнительно новый вид материалов, и поэтому масштабы ее производства как по объему, так и по стоимости продукции существенно уступают производству традиционных металлических и полимерных материалов. Вместе с тем темпы роста ее выпуска (от 15 до 25% ежегодно) намного превышают соответствующие показатели для стали, алюминия и других металлов.

Прогресс в производстве керамических материалов непосредственно связан с поиском и использованием нетрадиционных видов сырьевых материалов и способов активирования спекания. Наиболее действенными в плане активирования процессов получения керамических материалов в настоящее время является введение модифицирующих добавок. Частично или полностью стабилизированная керамика на основе диоксида циркония должна отвечать конкретным требованиям: обладать высокой химической стойкостью к воздействию агрессивных сред, иметь механические свойства и ударную вязкость, достаточные для предотвращения разрушения изделий в процессе эксплуатации.

Свойства керамических материалов в высокой степени зависят от морфологии и химического состава исходных порошковых композиций. Особое внимание представляют монодисперсные нанопорошки. Являются важнейшим исходным материалом для изготовления керамики с повышенными механическими, электрическими, термическими, оптическими, каталитическими свойствами, радиационной и коррозионной стойкостью.

Керамика на основе диоксида циркония является весьма перспективным конструкционным и функциональным материалом. Известно, что перспективны в качестве добавок к керамике на основе ZrO_2 . Добавки Y_2O_3 , особенно в ультрадисперсном состоянии способны повысить механические, трибологические характеристики, а также дают возможность получить материалы с повышенным уровнем тепло- и электропроводности.

Наиболее распространенными методами получения прочной керамики являются методы порошковой технологии. Компактирование можно проводить различными методами. Тем не менее, широкому практическому распространению препятствуют сложность и низкая производительность технологий, а также, как правило, не высокий уровень механических свойств полученных изделий. Поэтому существует проблема активирования процессов консолидирования керамики имеет важное практическое значение.

1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУЛЫ

1.1 Свойства и структура керамики на основе оксида циркония

1.1.1 Свойства циркониевой керамики

Диоксид циркония имеет полиморфизм. Диоксид циркония есть три модификации – моноклинная, тетрагональная и кубическая:

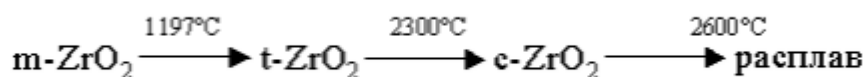


Рисунок.1. Схема фазовых переходов в чистом диоксиде циркония: m-, t-, c-ZrO₂ – моноклинная, тетрагональная, кубическая модификации ZrO₂, соответственно

Исследование показало, что оксид циркония твердый раствор замещения может быть сформирован двух-, трех- и четырехвалентных оксиды различных типов. Отсутствие обратимого полиморфного перехода в чистом оксиде циркония $m\text{-ZrO}_2 \leftrightarrow t\text{-ZrO}_2$ очень важно для керамической технологии свойством этих растворов. Хотя образованием твердого раствора не существуют термодинамически равновесные при низких температурах, действительно, они могут присутствовать при таких температурах, без ухудшения. К настоящему времени механизмы стабилизации оксида циркония в этом случае образования твердых растворов изучены достаточно полно.[1]

Чистый ZrO₂ при атмосферном давлении может иметь три типа кристаллические структуры:

1. моноклинной (М), которая находится при температурах ниже 1170 °С,
2. тетрагональной (Т), стабильный устойчив в диапазоне температуре от 1170 °С до 2370 °С,
3. кубический (С) стабилен при температурах выше 2370 °С.

Подробный обзор различных структур ZrO₂ можно найти в [2]. Мартенситное превращение фазы t-m было исследовано в течение долгого

времени, потому что превращение фазы наблюдается при спекании чистого ZrO_2 на этапе нагрева до температуры отжига и охлаждения. Переход t-m происходит вместе с большими деформациями сдвига и увеличением объема на 5% [3,4], это образуется возникновению значительных внутренних напряжений при охлаждении. Эти напряжения достаточно велики, чтобы вызвать образование трещин и полностью разлагается чистый образец из спеченных диоксида циркония при температурах выше 1170 °С. Один из методов поддержания целостности диоксида циркония керамической структуры - это когда проходит спекать, температура спекания нужно меньше, чем температура t-m перехода. Спекание при низких температурах образуется слабой консолидации частиц керамики, поэтому получает низкую прочность и вязкость разрушения. Другой способ заключается в стабилизации тетрагональной или кубической фаз при комнатной температуре, Это позволяет избежать превращение фазы t-m и растрескивания материала при охлаждении. Основной путь для стабилизации тетрагональной и кубической фаз при комнатной температуре был предложен в [5,6]. Этот метод состоит в добавлении других оксидов к ZrO_2 , который позволяет стабилизировать тетрагональную или кубическую фазу при комнатной температуре. Важность получения материалов на основе ZrO_2 в тетрагональной фазе стабильности, В связи с тем, что t- ZrO_2 обеспечивает функционирование механизма трансформационного упрочнения в циркониевых керамиках. Это механизм может получать циркониевые керамики с Кс (вязкость разрушения) до 17 МПа м^{0,5}, что Кс намного лучше, чем традиционные керамики. Свойства изделий из спеченного диоксида циркония в связи со степенью стабилизации, видом и количеством введенного стабилизатора. Таким образом, данные, представленные в литературе, сильно отличаются друг от друга, и, когда рассмотрим их, мы должны всегда иметь в виду условия и степень стабилизации [7].

Спеченный диоксид циркония имеет очень большую прочность при нормальных температурах и, что особенно важно, поддержит высокую

прочность до 1300 - 1500°C. Это свойство диоксида циркония может использовать его как конструкционный материал для работы при высоких температурах.

Прочность при изгибе при нормальной температуре составляет 200-250 МПа. Модуль упругости при нормальной температуре 172 ГПа, а при 1300 - 1400°C снижается примерно до 100 ГПа. С повышением пористости все прочностные характеристики снижаются почти линейно.

Теплота образования диоксид циркония равна 1,08 МДж/моль. Удельная теплоемкость повышается с температурой и составляет:

Таблица 1 – Удельная теплоемкость повышается с температурой

температура, °C	0	600	1000	1210	1400
удельная теплоемкость, Дж/г	0,5	0,57	0,66	0,7	0,73

Теплопроводность диоксид циркония значительно ниже, чем теплопроводность всех других окисных материалов. Небольшая теплопроводность является особенностью диоксида циркония, который может применять для высокотемпературной изоляции. Теплопроводность ZrO_2 при низких температурах значительно меньше, чем у других оксидов. По мере того как повышение температуры теплопроводность всех оксидного материалов понижается, а теплопроводность диоксид циркония почти не меняется, лишь незначительно увеличилась.

Низкая теплопроводность и сравнительно высокий коэффициент линейного расширения обуславливают низкую термостойкость изделий. Термостойкость циркониевых изделий возможно повышаться значительно, если в состав масс ввести добавки (10 - 15 %) моноклинного ZrO_2 , который обладает более низким коэффициентом. Так как диоксид циркония имеет различные модификации, которые обладают разными коэффициентами линейного расширения и образуются микротрещины, способствующие более свободному смещению зерен при изменении температуры. Повышенной

термостойкостью обладают изделия, изготовленные из электроплавленного ZrO_2 .

Твердыми растворами ZrO_2 со стабилизирующими оксидами RO и R_2O_3 являются ионная (кислородоанионная) проводимость того что образуют кислородные вакансии при замещении ионов Zr^{4+} ионами R^{2+} и R^{3+} . По мере увеличения нарушений стехиометрии при повышенных температурах и в вакууме проводимость увеличивается. Максимум электропроводности приходится на состав, при котором достигается полная стабилизация. Проводимость снижается при повышении содержания примесей и при явлениях дестабилизации [8].

Анионная природа проводящая ZrO_2 , твердый раствор делает его пригодным для использования в качестве твердого электролита при высокой температуре. Одно применение – топливный элемент, в котором развитие температуры от 1000 до 1200 ° С. Диоксид циркония может использовать как токосъемные элементы в таких высокой температуре химических источниках тока.

Возможность получить высокие прочные керамики из ZrO_2 отношена с открытием так называемого эффекта трансформационного упрочнения за счет контролируемого фазового превращение $t-ZrO_2 \rightarrow m-ZrO_2$. Так как диоксид циркония является полиморфизмом образование эффекта, возможности стабилизации высокотемпературных t - и c -фаз и мартенситного характера $t \rightarrow m$ - перехода. Если материал, который через спекания, имеющий состав частицы $t-ZrO_2$ превращаться в $m-ZrO_2$, то образуется эффектом трансформационного упрочнения. Возникающие при нагружении трещины распространяются в материале до тех пор, пока в их фронте не оказываются частицы $t-ZrO_2$. Эта частица, которая находится в сжатом (в корундовой матрице) или в когерентносвязанном с матрицей (при преобладании в составе материала $c-ZrO_2$) состоянии устойчива к $t \rightarrow m$ - превращению даже при низких температурах. После распространения трещины в вершине в поле напряжений, достаточная

энергия, которую частиц получает, для преобразования вершин. Поэтому энергия, которая распространяется трещины переходит в энергию $t \rightarrow m$ - превращения и катастрофический рост трещины прекращается [8].

С открытием упрочняющего воздействия фазы $t \rightarrow m$ - превращения керамики на основе циркония есть предмет многочисленных исследований. По причине своей способности оксида циркония керамики образовать с помощью добавкой различных оксидов и режимом выдержки при спекании и отжига обычно называемые «керамические стали».

Традиционно керамика на основе ZrO_2 применялась в металлургической промышленности для изготовления тиглей для плавки металлов. Сегодня циркониевая керамика является одним из наиболее перспективных керамических материалов конструкционного и инструментального назначения и используется в технологии получения деталей газотурбинных и дизельных двигателей, узлов трения, уплотнительных колец насосов, элементов запорной арматуры, форсунок распылительных камер, фильер для протяжки проволоки, режущего инструмента. Также керамика на основе ZrO_2 находит применение в медицине для изготовления имплантантов в костные ткани[8].

1.1.2 Повышение механических свойств циркониевой керамики путем введения добавок оксидов иттрия, магния, кальция, алюминия.

Циркониевые керамики из-за своей способности образовывать путем добавок различных оксидов и применяемых режимов выдержки при спекании и отжига часто обозначаются как «керамические стали». Ниже представлены основные классы циркониевых керамик, их прочностные характеристики и сферы практического применения.

1. Стабилизированный диоксид циркония CSZ (Cubic Stabilized Zirconia, рис.7,а): кубический твердый раствор на основе ZrO_2 . Для реализации этого материала количество добавки MgO , CaO должно быть

более 15–20мол.%, Y_2O_3 – более 10мол.%. CSZ имеет низкие прочностные характеристики: $\sigma_{изг}$ не более 250МПа и K_{Ic} до 3МПа $m^{0,5}$ и находит применение как огнеупорный материал, а также в технологии твердых электролитов.

2. Керамика, упрочненная диоксидом циркония ZTC (Zirconia Toughened Ceramic): дисперсные частицы $t-ZrO_2$ распределены в керамической матрице и стабилизируются сжимающими напряжениями. Наибольшее техническое значение имеют композиции $Al_2O_3-ZrO_2$ (ZTA: Zirconia Toughened Alumina, рис.7,б), которые используются, прежде всего, как инструментальные материалы. Оптимальные механические характеристики достигаются при содержании ZrO_2 около 15об.‰: $\sigma_{изг}$ до 1000МПа и K_{Ic} до 7МПа $m^{0,5}$.

3. Частично стабилизированный диоксид циркония PSZ (Partially Stabilized Zirconia, рис.7,в). Образуется при добавлении в ZrO_2 оксидов Mg, Ca, Y и др. При спекании в области гомогенности кубической фазы образуются крупные зерна $c-ZrO_2$ (60мкм). После отжига в двухфазной области появляются тетрагональные частицы, когерентно связанные с кубической фазой. В системах $ZrO_2-MgO(CaO)$ размер t -частиц должен быть менее 0,25мкм. В случае огрубления частиц когерентность нарушается и их упрочняющая способность резко падает. Объемное содержание t -фазы составляет около 40%. PSZ вследствие высокой вязкости (K_{Ic} до 10МПа $m^{0,5}$) и прочности ($\sigma_{изг}$ до 1500МПа) находит очень широкое применение в машиностроении.

4. Тетрагональный диоксид циркония TZP (Tetragonal Zirconia Polycrystals, рис.7,г). Данный материал реализуется в системах $ZrO_2-Y_2O_3(CeO)$ и состоит только из стабилизированных тетрагональных зерен. Спекание происходит в области гомогенности t -фазы, затем следует закалка. Диссипация энергии при упрочняющем фазовом превращении в TZP особенно высока и приводит, при оптимальной структуре, к экстремально высоким механическим характеристикам: $\sigma_{изг}$ до 2400МПа при K_{Ic} около

15МПа^{0,5}. При этом TZP обладает высокой ионной проводимостью. В развитых государствах TZP уже прошел испытания в различных областях машиностроения и применяется в производстве изделий конструкционного и инструментального назначения[8].

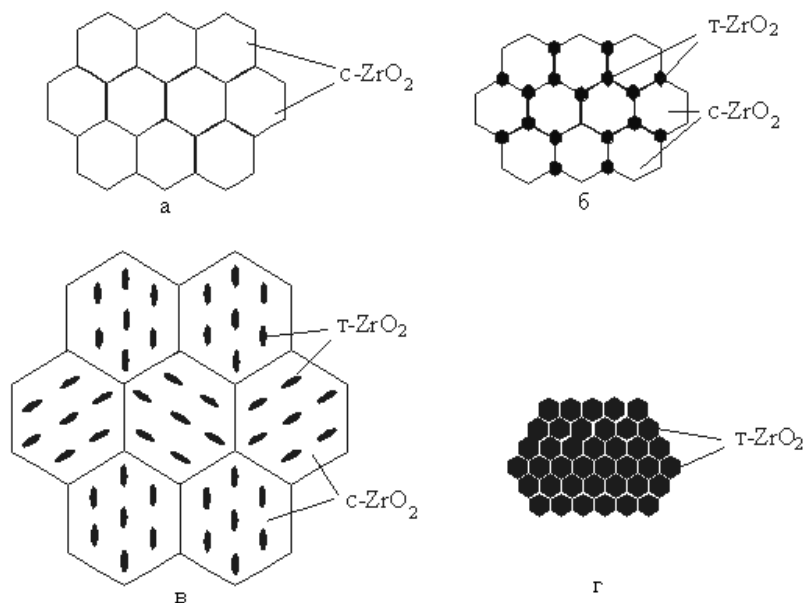


Рисунок 2 - Основные типы структур циркониевых керамики: а – CSZ, б – ZTA, в – PSZ, г – TZP

Стабилизация ZrO_2 достигается перестройкой тетрагональной решетки в устойчивую при всех температурах кубическую и сопровождается образованием твердых растворов (типа замещения) некоторых оксидов – стабилизаторов ZrO_2 . Такие твердые растворы с ограниченной растворимостью образуют ряд оксидов.

В системе $ZrO_2 - CaO$ образуется одно бинарное соединение – цирконат кальция $CaO - ZrO_2$, плавящийся при $2300^\circ C$. Это соединение имеет важное значение в технологии производства изделий из ZrO_2 . В системе $ZrO_2 - MgO$ образуются твердые растворы (до 40% MgO) с кубической решеткой, у которых отсутствуют полиморфные превращения.

Стабилизированный оксид циркония, представляющий собой твердый раствор стабилизирующего оксида в ZrO_2 и имеющий кристаллическую решетку кубической формы, обычно называют кубическим

ZrO_2 . Однако следует помнить, что это не чистый диоксид циркония. Практически для стабилизации ZrO_2 применяют чистые оксиды CaO , MgO , Y_2O_3 , однако допустимо вводить соответствующий катион через соли (CaCO_3 и др.).

Степень стабилизации ZrO_2 зависит от вида стабилизатора, его количества, температуры стабилизирующего обжига, количества примесей, содержащихся в диоксиде циркония, и других причин. Естественно, что технология производства должна быть направлена на достижение максимальной стабильности материала, на предотвращение возможной дестабилизации, т. е. распада твердого раствора. Это особенно важно потому, что ZrO_2 , стабилизированный CaO и Y_2O_3 , менее склонен к распаду. Принято считать, что диоксид циркония, стабилизированный CaO и Y_2O_3 , менее склонен к дестабилизации, чем стабилизированный MgO [9].

Механизм стабилизации ZrO_2 при введении CaO и MgO различен. Твердые растворы в системе $\text{ZrO}_2 - \text{CaO}$ образуются в две стадии. Сначала при температуре около 1000°C появляется цирконат кальция CaZrO_3 . Затем при дальнейшем повышении температуры цирконат кальция взаимодействует с основной массой ZrO_2 , в результате возникает твердый раствор CaO в ZrO_2 . В системе $\text{ZrO}_2 - \text{MgO}$ твердые растворы образуются непосредственно при взаимодействии ZrO_2 и MgO , минуя промежуточную стадию реакции. Образование твердых растворов MgO в ZrO_2 начинается при $1100-1200^\circ\text{C}$ и практически заканчивается при 1500°C . Для полного завершения процесса стабилизации, независимо от вида стабилизирующей добавки, так называемый стабилизирующий обжиг производят при $1700-1750^\circ\text{C}$.

Для полной стабилизации технического ZrO_2 требуются повышенные температуры (около 1900°C), а чистый ZrO_2 , содержащий минимум (0,5 %) примесей и не содержащий HfO_2 , достаточно полно стабилизируется при $1700 - 1750^\circ\text{C}$, образуя плотный и прочный материал. В наибольшей степени распад твердых растворов происходит в системе $\text{MgO} - \text{ZrO}_2$, в меньшей

степени – в системе $\text{CaO} - \text{ZrO}_2$ и практически отсутствует в системе $\text{Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$. В настоящее время наиболее распространена стабилизация Y_2O_3 , иногда в сочетании с CaO . Практически полная стабилизация достигается также при электроплавке ZrO_2 совместно со стабилизатором. Этим методом широко пользуются для получения стабилизированного ZrO_2 в виде порошков разной зернистости, применяемых при изготовлении циркониевых огнеупоров зернистого строения [9].

На рисунке 4 приведена равновесная диаграмма состояния системы $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$. Следует отметить, что практически соотношение фаз, соответствующее приведенной диаграмме, не реализуется вследствие очень низкой диффузии ионов Zr^{4+} , Y^{3+} , O^{2-} . Высокотемпературные фазы при определенных добавках Y_2O_3 и режимах охлаждения могут существовать при низких температурах без распада. Линия T_0 представляет собой геометрическое место температур, при которых свободные энергии $m\text{-ZrO}_2$ и $t\text{-ZrO}_2$ одинаковы. Приведенные интервалы температур весьма условны и очень сильно зависят от скорости охлаждения твердого раствора и размера зерна.

Образования твердых растворов на основе ZrO_2 в производстве высокопрочных керамик используется другой способ стабилизации высокотемпературной модификации $t\text{-ZrO}_2$. После спекания механической смеси $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ (рис.5.) с объемным содержанием ZrO_2 менее 20% образуется жесткая корундовая матрица, удерживающая дисперсные включения $t\text{-ZrO}_2$. Это обусловлено высоким модулем упругости корунда меньшим по сравнению с ZrO_2 тепловым расширением, вследствие чего частицы $t\text{-ZrO}_2$ находятся в поле сжимающих напряжений и остаются стабильными после охлаждения спеченного материала.

Стабильность частиц $t\text{-ZrO}_2$ зависит также от их размера: нелегированные зерна $t\text{-ZrO}_2$ в корундовой матрице превращаются в $m\text{-ZrO}_2$ при 20°C , если их размер превышает $0,6\text{ мкм}$. Более крупные зерна превращаются при повышенных температурах по сравнению с мелкими.

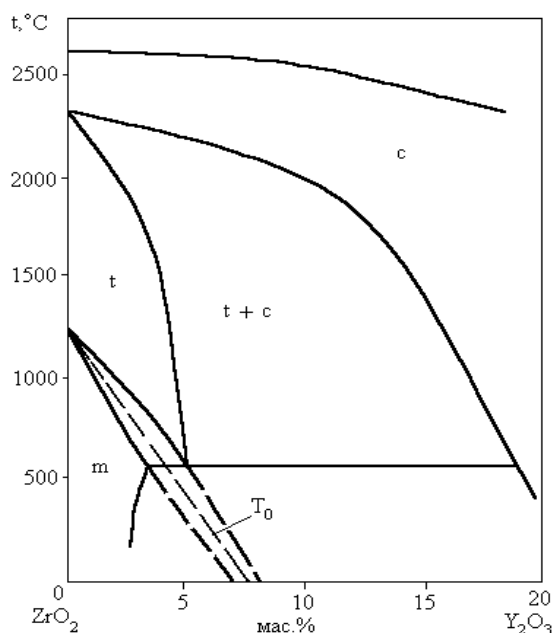


Рисунок 3 - Диаграмма состояния системы $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$: T_0 – температура перехода $m\text{-ZrO}_2 \leftrightarrow t\text{-ZrO}_2$

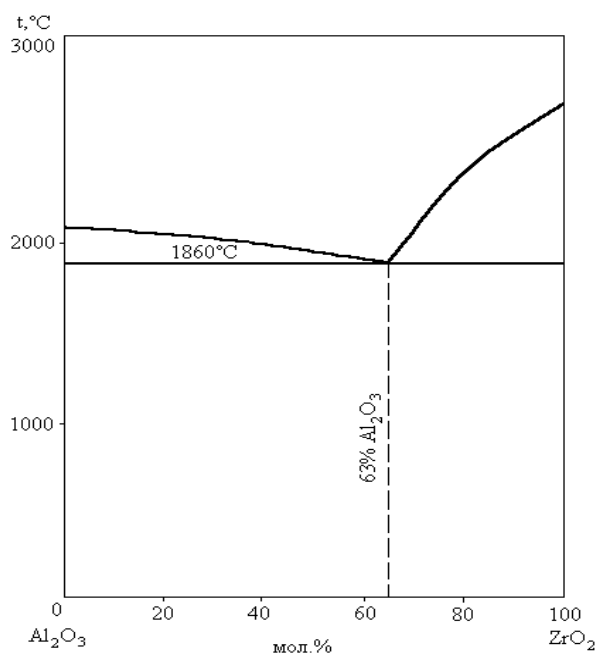


Рисунок 4 - Диаграмма состояния системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$

В дополнение к подложке из оксида алюминия могут быть использованы другие материалы, такие как нитрид кремния, муллита, оксида магния, но максимальный прочностной эффект указывает система 85% Al_2O_3 - 15% ZrO_2 . Здесь очень важно, что почти полное отсутствие ингредиентов смешивающемся, что ликвидирует образование в материале промежуточных нежелательных фаз.

1.2 Методы получения конструкционной и функциональной циркониевой керамики.

1.2.1 Получение и свойства керамических порошков.

Основные особенности химического состава керамического порошка имеют химический состав, однородность, размер частиц, форма и их гранулометрия, степень кристалличности частиц и концентрация неравновесных дефектов.

Методы получения порошков: механические и физико-химические. Механические методы получения порошков имеют такие технологические процессы, при которых в результате действия внешних механических сил исходный металл измельчается в порошок без изменения его химического состава. Физико-химические методы получения порошков имеют такие технологические процессы, при которых вследствие глубоких физико-химических превращений металл или сплав переходит в порошкообразное состояние. При этом полученный порошок может отличаться по химическому составу от исходных продуктов.

Вращающийся измельчением в шаровой мельнице. Поворотная шаровая мельница используется для измельчения, которая представляет собой цилиндрический стальной барабан, есть мелющие тела в его внутренней части, как правило, простые средства из стали или карбида вольфрама шариков. Скорость вращения мельницы, количество размольных тел и их форма, масса материала, загруженного играют важную роль на измельчение, продолжительность и среда размол [10].

Измельчение в шаровых вибрационных мельницах. Шаровые вибрационные мельницы (рисунок 5) обеспечивают быстрое и тонкое измельчение различных материалов, например карбидов титана, вольфрама, кремния, хрома, ванадия, бора и др.

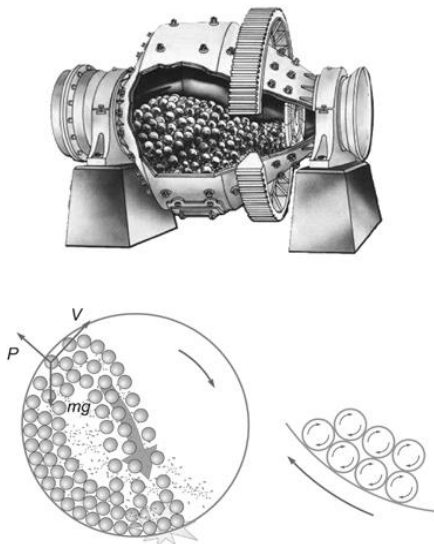


Рисунок 5 – Устройство шаровой мельницы и схема движения шаров в барабане

Вибрационным измельчением могут быть получены тонкодисперсные бронза и алюминий, причём размол алюминия следует вести в жидкой среде во избежание взрыва.

Основные показатели режима виброразмола, такие как коэффициент заполнения объёма мельницы размольными телами и измельчаемым материалом, соотношение между ними по массе, род помола (сухой или мокрый), обычно устанавливают эмпирически с учётом свойств измельчаемого материала и требуемой тонины помола. Материалом для размольных тел служат чаще всего сталь или твёрдые сплавы [10].

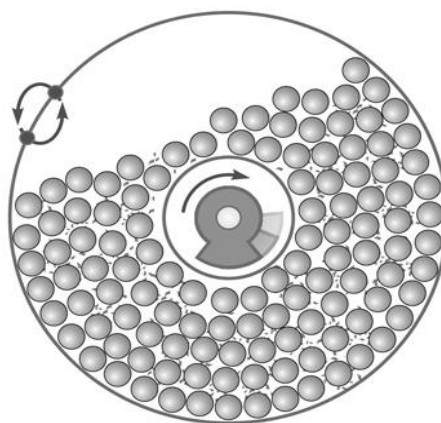


Рисунок 6 – Схема работы вибрационной мельницы

Измельчение в вихревых мельницах. Основные ударные и истирающие усилия возникают при соударении частиц измельчаемого материала в вихревой мельнице (рисунок 7). Полученные частицы могут иметь различную форму: осколочную, хлопьевидную, шарообразную, тарельчатую (с углублением на поверхности). В результате вихревого измельчения могут получаться весьма тонкие и пирофорные порошки, например железные.

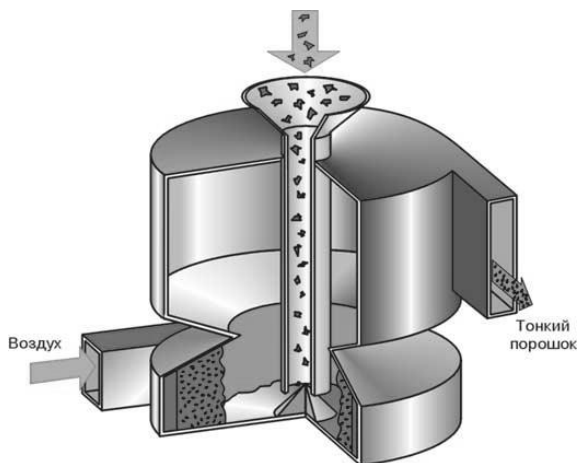


Рисунок 7 – Схема работы вихревой мельницы

Измельчение в планетарных центробежных и гироскопических мельницах. Планетарные центробежные мельницы (рисунок 8) позволяют осуществлять тонкое измельчение трудноразмалываемых материалов во много раз быстрее, чем в обычных шаровых, вихревых и вибрационных мельницах. Каждый из 2 - 6 расположенных вертикально барабанов с

измельчаемым материалом вращается как вокруг собственной продольной оси, так и вокруг оси, общей для диска, на котором они укреплены. Направления вращений противоположны [10].

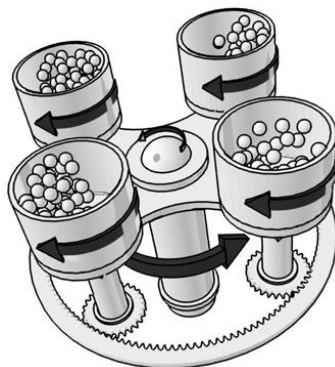


Рисунок 8 – Схема работы планетарной мельницы

Измельчение ультразвуком. Механизм ультразвукового диспергирования состоит в расклинивающем действии кавитационных ударов. В первые 5 минут ультразвукового воздействия срабатываются все оголённые стыки между зёрнами, что и приводит к максимальному разрушению материала. Определённый вклад в измельчение твёрдых частиц вносит и их соударение друг с другом и трение о жидкость, так как под воздействием ударной волны они приобретают весьма значительное ускорение, начиная двигаться в жидкости со сверхзвуковой скоростью.

Диспергирование ведут в спирте, воде, ацетоне и других жидкостях. Полученные порошки достаточно химически чистые, но частицы содержат больше микроискажений, чем после измельчения в шаровой мельнице [10].

1.2.2 Прессование порошков

Прессование – формование порошковых металлов является одной из трудоёмких операций порошковой металлургии, в результате которой под действием приложенного усилия из бесформенного сыпучего порошка получается относительно прочное тело – прессовка, близкая по форме и размерам к форме и размерам готового изделия с учётом изменения размеров при спекании дальнейшей обработке. Прессование порошковых материалов

складывается из приготовления смеси порошков заданного химического и гранулометрического составов, дозировки и засыпки смеси в пресс-форму, собственно прессования, выпрессовки заготовок и контроля качества. Условия прессования (давление, схема, холодное, горячее и т.п.) определяют физико-химические и механические свойства готовых изделий, их эксплуатационное назначение.

Взаимосвязь между давлением прессования и плотностью прессовок. Поскольку давление увеличивает плотность неспеченной прессовки неоднородно. На первом этапе прессования (рисунок 9) максимальное повышение давления привело к значительному увеличению плотности прессовки, а также с дополнительным сжатием, противоположной, даже очень высоких давлений приводит лишь к небольшому увеличению плотности.

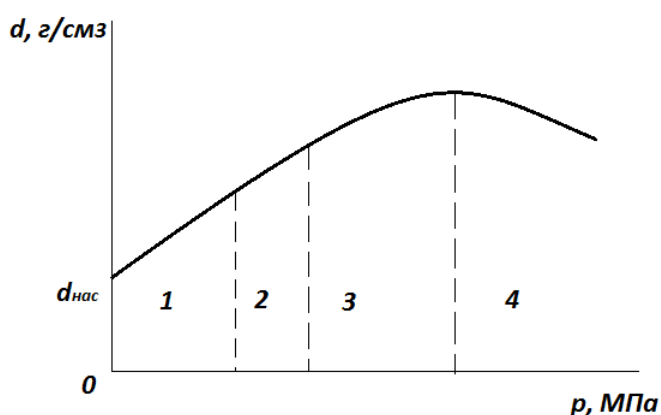


Рисунок 9 – График зависимости плотности заготовок от давления прессования: 1 – 4 – этапы прессования

Эта зависимость обусловлена запечатать несколько последовательных этапов, каждый из которых может быть графическим представлением с использованием модели Зелигером (рисунок 10).

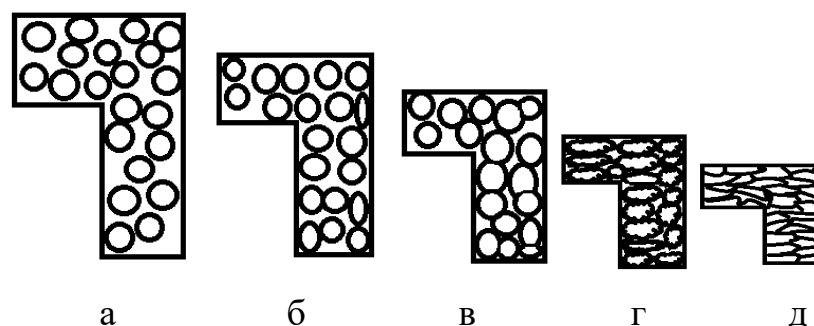


Рисунок 10 – Стадии прессования в закрытых пресс-формах: а – засыпка порошка; б, в – разрушение мостиков; г – начало деформации частиц; д – конец прессования

Он используется для изготовления элемента конструкции. Легко поддается автоматизации, а также обеспечить заготовки по форме и размеру соответствующих промышленных товаров. В большинстве случаев изделия, спрессованные в закрытых пресс-формах, никакой дальнейшей механической обработке не подвергаются, а после спекания поступают в эксплуатацию или проходят дополнительную обработку в целях улучшения состояния поверхности, повышения точности по размерам, придания специальных свойств [11].

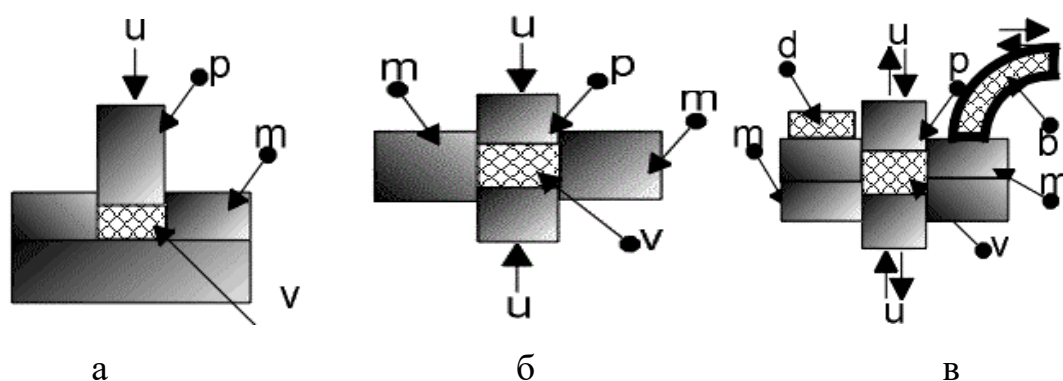


Рисунок 11 – Различные варианты прессования: а – прессование с одним пуансоном; б – прессование с двумя пуансонами; в – прессование с автоматически заполнением пресс-формы и выталкиванием готовой прессовки (u – направление усилия, m – матрица пресс формы, p – пуансон, v – прессуемое вещество (порошок), b - бункер-питатель, d – спрессованная деталь)

Равномерная плотность прессовки является одним из основных показателей ее качества. В прессовках с неравномерной плотностью возникают во время спекания большие внутренние напряжения, вызывающие

коробления и трещины в готовых изделиях и их разрушение из-за недостаточной прочности[11].

Основным требованием при конструировании пресс-форм является обеспечение получения равномерной плотности во всех частях прессовки. Это требование легко выполнимо, если прессовка не имеет переходов по высоте.

В прессовках, имеющих переходы по высоте, равномерная плотность может быть получена при условии сохранения одинакового коэффициента сжатия порошка в сечениях, параллельных направлению прессования. Коэффициентом сжатия называют отношение высоты насыпного порошка к высоте получаемой прессовки.

При прессовании в результате трения между частицами порошка и трения частиц порошка о стенки матрицы происходит изменение давления по высоте прессовки, вследствие чего плотность прессовки получается различной в зависимости от расстояния до торца. Для получения более равномерной плотности важное значение имеет выбор способа прессования.

При одностороннем прессовании плотность ρ прессовки уменьшается по высоте в направлении прессования (рисунок 12.1).

Одностороннее прессование применяют, если отношение высоты к диаметру изделия или к толщине стенки s не более 3.

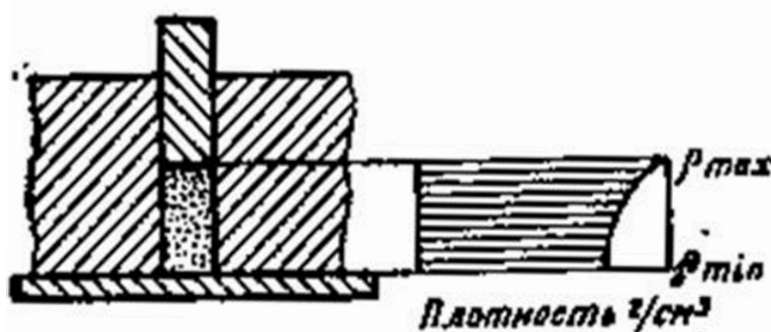


Рисунок 12.1 – Схема одностороннего прессования

При двухстороннем прессовании наименьшая плотность наблюдается в центральной части прессовки (рисунок 12.2).

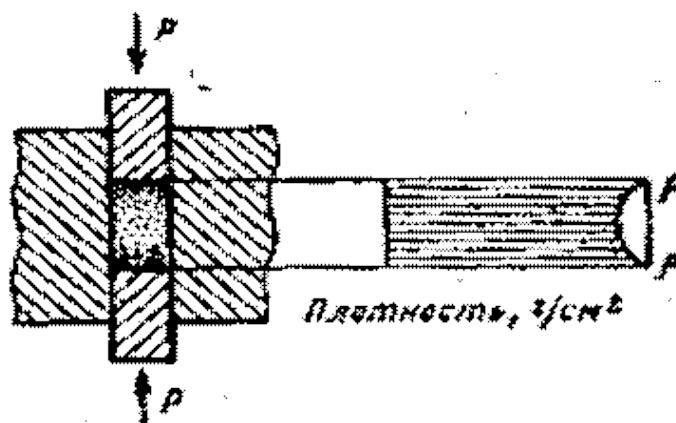


Рисунок 12.2 – Схема двухстороннего прессования

Двухстороннее прессование применяется, если $1 < \frac{h}{d} < 5$ или $3 < \frac{h}{s} < 17$, где h – высота изделия; d – диаметр; s – толщина стенки.

При прессовании изделий сложной формы равномерная плотность прессовки может быть достигнута правильным выбором способа прессования:

1. изделий с фланцами – путем применения двухстороннего прессования (рисунок 12.3);
2. изделий сложной формы – путем применения нескольких самостоятельно перемещающихся пуансонов вместо одного или двух целых или путем прессования в две операции – до и после спекания (рисунок 12.4).

Внутренний нижний пуансон прессует торец изделия, а внешний нижний пуансон прессует фланец при одновременном движении верхнего, пуансона вниз. Выталкивание изделия из матрицы производится обоими нижними пуансонами[12].

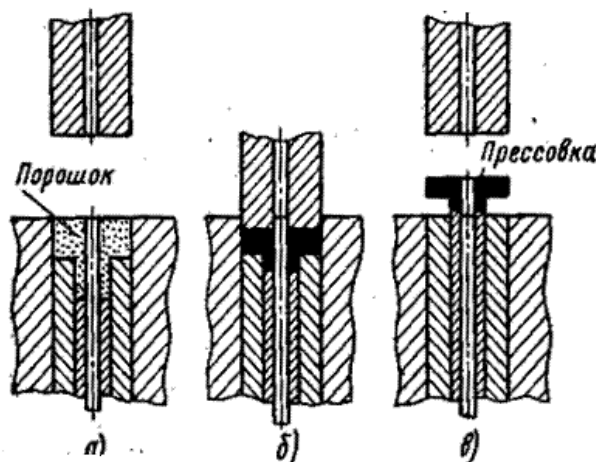


Рисунок 12.3 – Схема прессования различных изделий: *а* – изделие с фланцем, высота которого не превышает 25 % общей высоты; *б* – момент засыпки; *в* – момент окончания прессования

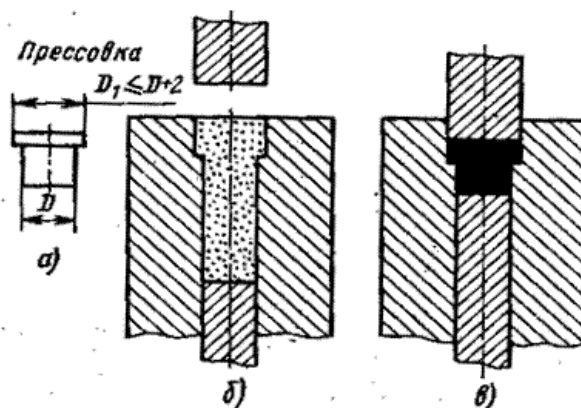


Рисунок 12.4 – Схема прессования изделия с широким фланцем и небольшой высотой: *а* – момент засыпки; *б* – момент сжатия; *в* – момент выталкивания

Этот способ прессования исключает повреждение фланца при выталкивании.

Гидростатическое прессование, принципиальная схема которого приведена на рисунке 13. Этот метод даёт возможность изготавливать из пластичных, малопластичных и непластичных порошкообразных материалов высокопрочные изделия, форма и размер которых не позволяют применить другие способы изготовления изделий [13].

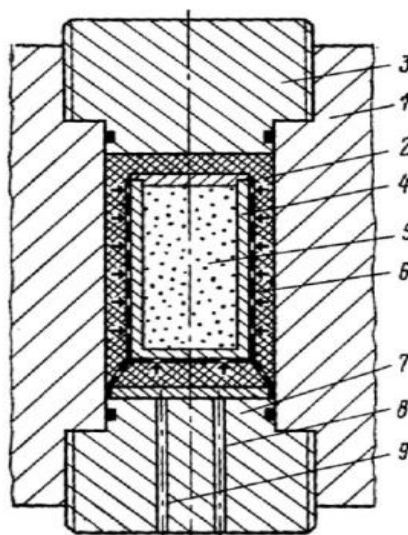


Рисунок 13 - Принципиальная схема изостатического прессования: 1 – сосуд высокого давления; 2 – жидкость высокого давления; 3 – верхний затвор; 4 – упругая форма; 5 – прессуемый порошок; 6 – перфорированная корзина; 7 – нижний затвор; 8 – подвод высокого давления; 9 – отвод жидкости

1.2.3 Спекание керамических материалов

Важный процесс термической обработки – спекание. При спекании под воздействием температуры отдельные частицы твёрдого материала соединяются в единое целое с уменьшением пористости системы. Движущая сила этого процесса – стремление системы уменьшить поверхностную энергию за счет уменьшения поверхности.

В металловедении под термином «спекание» понимают одну из важнейших технологических операций порошковой металлургии, при которой в результате диффузионных, рекристаллизационных и других процессов при термической обработке из свободно насыпанного или уплотнённого конгломерата частиц порошка создаётся единое тело, обладающее определённой структурой и свойствами. С позиции физической химии твёрдого тела спекание представляет собой сложный многоступенчатый самопроизвольный кинетический процесс приближения конгломерата частиц к термодинамическому равновесному состоянию [14].

Для однокомпонентных материалов типичным является спекание без образования жидких фаз. Для многокомпонентного материала типично спекание в присутствии расплава.

Спекание без расплава в местах соприкосновения отдельных частиц происходит за счет диффузии материала из расплосженных в непосредственной близости частиц.

Спекание в присутствии жидкой фазы происходит за счет сил поверхностного натяжения расплава, который смачивает твёрдые частицы.

Спекание проходит в два этапа. На первом этапе сообщающиеся поры превращаются в замкнутые. Второй этап – уменьшение размеров этих пор.

Факторы, влияющие на скорость спекания: механическое поведение и исходный размер спекаемого материала. Побуждающим фактором спекания является поверхность контакта между частицами и температура. С повышением поверхности и температуры повышается скорость спекания. Повышение температуры способствует возникновению и повышению концентрации повреждений в кристаллической решетке, что способствует протеканию диффузии между частицами.

После образования замкнутых пор, решающим процессом является удаление газов из этих пор, т.к. находящиеся в порах газы замедляют процесс уплотнения. В некоторых случаях происходит процесс обратный уплотнению - увеличение пористости. При спекании проходят различные химические реакции и некоторые из них с выделением газа. Если эти реакции проходят во втором этапе спекания, то это может привести к увеличению пористости обожженного продукта.

При спекании одни вещества растворяются в расплаве, а другие, наоборот, выделяются из него, что приводит к изменению состава расплава.

Граничные поверхности в порошковых материалах. Границы и приграничные области оказывают большое влияние на свойства металлов. Неоднородность границ по химическому составу, наличие в них несплошностей, преимущественная деформация по границам зёрен при

нагружении, инициирование фазовых превращений и одновременное торможение их, влияние границ на процессы рекристаллизации, рост зерна и т.п. определяют большую роль границ в процессах структурообразования и формирования свойств при различных видах обработки металлов и их конечные значения при испытании металлов на прочность, ползучесть и т.д., а также механизм разрушения металлов.

Влияние времени спекания. Наибольшая интенсивность спекания наблюдается в первые минуты спекания. Время выдержки при оптимальной температуре спекания порошковых изделий устанавливается в зависимости от состава порошковой смеси, загрузки печи, среды спекания и колеблется от нескольких минут до нескольких часов.

Связь между давлением прессования и спеканием. Многие явления, протекающие при спекании, определяются усилием давления при прессовании. Чем выше давление прессования, тем больше остаточные напряжения в частицах, тем выше дефектность структуры частиц, тем значительнее изменяются закономерности спекания. Значительно зависят от давления прессования усадка и плотность спечённых изделий. Наибольшую усадку при спекании и наибольшую плотность в готовом виде имеют изделия, спрессованные при высоком давлении [14].

Влияние дисперсности и формы частиц порошков на кинетику спекания. С дисперсностью частиц порошков связан механизм переноса металла частиц. Увеличение размеров частиц порошка уменьшает удельную поверхность, снижает их активность, а следовательно уменьшает движущую силу спекания. Большое влияние на кинетику спекания оказывает форма частиц порошка и технология их получения. Повышенная активность при спекании дисперсных порошков приводит к резкому возрастанию их физико-механических свойств [14].

В пористых порошковых компактах в частицы соприкасаются лишь на отдельных участках меньшего размера по сравнению с сечением частицы. При спекании прессовки происходят увеличение площади контакта между

частицами и сближение их центров. Однако вследствие того, что одни частицы в местах контакта более благоприятно ориентированы, чем другие, взаимное припекание частиц начинается в разные моменты, следовательно, будет наблюдаться временная зависимость числа контактов, где началось спекание.

Увеличение площади контактов между частицами и сближение центров частиц эквивалентно исчезновению части объема, занятого порами. Важнейший вопрос теории и практики спекания порошковых тел – определение кинетики спекания. Авторами [15] разработана методика определения кинетики спекания НП, использующая следующие уравнения:

$$V_{\tau}/V_n = \exp(-K\tau^n), \quad (1)$$

где V_n – начальный объем пор, V_{τ} – объем пор в момент времени τ . Константа K может быть записана в виде

$$K = K_0 \exp(-nQ_1/RT), \quad (2)$$

где K_0 – константа, обычно независимая от температуры; R – универсальная газовая постоянная; T – температура; Q_1 – энергия активации спекания. После двойного логарифмирования (3) и с учетом (4) получили

$$\ln \ln(V_n/V_{\tau}) = n \ln K_0 - nQ_1/RT + n \ln \tau, \quad (3)$$

После дифференцирования при постоянной температуре параметр n можно определить по формуле

$$n = d \ln \ln(V_n/V_{\tau}) / d \ln \tau, \quad (4)$$

Соответственно после дифференцирования по времени энергию активации спекания можно определить по формуле

$$Q_1 = -(R/n) d \ln \ln(V_n/V_{\tau}) / d T^{-1}, \quad (5)$$

Термодинамическим условием жидкофазного спекания, так же как и твердофазного, является стремление системы к минимальной поверхностной энергии. Основная усадка в процессе жидкофазного спекания при удовлетворительном смачивании твердых частиц жидкостью обусловлена, во-первых, стягиванием и перегруппировкой частиц под действием капиллярных сил жидкой фазы и, во-вторых, переносом материала твердых

частиц через жидкую фазу. Наибольшая часть уплотнения достигается в процессе стягивания и перегруппировки твердых частиц. При жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами эффективное уплотнение достигается при меньших количествах жидкой фазы вследствие дополнительной, но более медленной усадки за счет перекристаллизации через жидкую фазу и диспергирование крупных частиц при проникновении расплава по границе зерен, подстройке их формы и коалесценции за счет растворения и осаждения. Значительное влияние на окончательное уплотнение при жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами оказывает процесс аккомодации формы сближающихся твердых частиц. Это особенно важно при малых количествах жидкой фазы [16].

В работах [17-19] было показано, что быстрая усадка компактов НП на начальной стадии спекания и логарифмическая зависимость температуры начала спекания от величины, обратной размеру спекаемых НЧ не могут быть объяснены диффузионным механизмом спекания. Там же была выдвинута гипотеза о том, что начальная стадия спекания НП определяется флуктуационным плавлением НЧ, термодинамические параметры которых подвержены флуктуациям. За время нахождения частицы в жидком состоянии, флуктуационно расплавившаяся частица заполняет собой пустоты между соседними частицами и объединяется с ними. Одним из ключевых вопросов в развитии флуктуационной теории спекания нанопорошков на начальной стадии является определение механизма объединения (слияния) флуктуационно расплавленной частицы с соседями.

В [20] было показано, что флуктуационная модель спекания НП хорошо описывает начальную стадию спекания при низких температурах (близких к температурам начала спекания). В предположении, что флуктуационно расплавившаяся частица объединяется с одной соседней частицей максимального объема, результаты расчетов лучше всего согласуются с экспериментом.

Трещиностойкость керамики

Трещиностойкость керамики долгое время оценивали различными методами, предназначенными для испытания металлов. И лишь в 90-х годах прошлого века начали стандартизировать методы ее испытания на трещиностойкость, а также проводить международные исследования с целью сравнительной оценки этих методов.

Для таких испытаний рекомендуется применять разрушаемые при изгибе образцы в виде прямоугольных балок, на которые наносятся концентраторы напряжения различной формы (таблица 4). Интересно, что эти методы не особенно отличаются от метода, основанного на идеях работы, задачей которой была разработка стандарта, предназначенного для испытания металлических материалов. И даже специалисту бывает нелегко выбрать “оптимальный” метод, так как далеко не все они пригодны для оценки различной керамики и не всегда применимы в условиях обычной лаборатории.

Возможно поэтому (если судить по публикациям) технологи часто применяют более простые методы испытаний: метод БЕКВ (таблица 8), упрощенный (трещина заменена пропилом) вариант метода БЕРВ, расчетные формулы для которого взяты из, и метод 1Б (таблица 9), основанный на анализе трещин, образовавшихся при внедрении индентора в полированную поверхность образца. Следует заметить, что, в отличие от случая металлических материалов, результаты исследования трещиностойкости керамики пока еще редко применяются при конструкторских расчетах сопротивления изделий распространению в них опасных трещин, а лишь используются с целью сравнительной численной оценки ее сопротивления разрушению. Иначе говоря, последнее в какой-то степени напоминает эпоху палеолита, когда для изготовления инструментов и оружия приходилось работать с такими хрупкими материалами, как камни.

Таблица 2 - Традиционные методы испытания керамики на трещиностойкость(объединены этапы 2 и 3 разрушения образца)

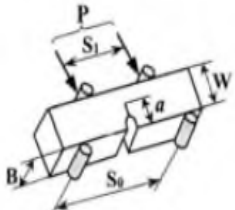
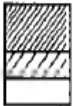
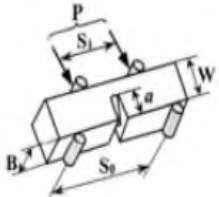
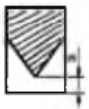
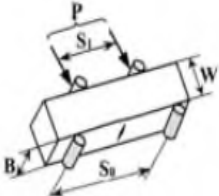
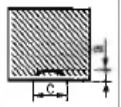
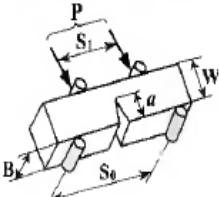
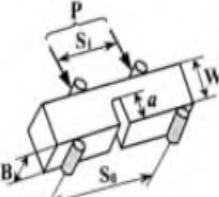
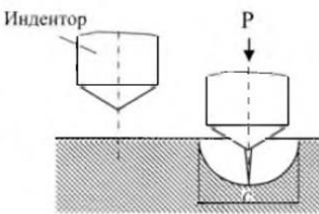
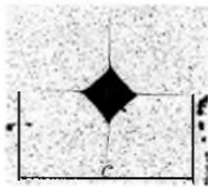
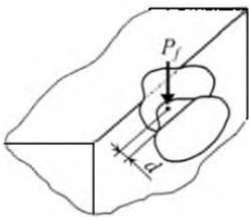
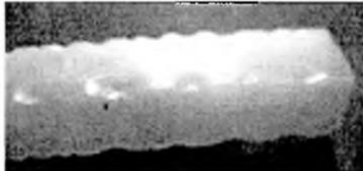
Образец	Концентратор напряжения (этап 1 разрушения)	Характеристика
	SEPВ [8]  (Single Edge Precracked Beam)	Аналогичный используемому при испытаниях металлов. Точность измерения зависит от структуры материала.
	CNB [8]  (Chevron Notched Beam)	При испытаниях регистрируют зависимости усилие – прогиб, изготовить точный шевронный надрез в образце технически достаточно сложно.
	SCF [8]  (Surface Crack in Flexure)	Применим для испытания плотных мелкозернистых материалов.
	SEVNB [9]  (Single Edge V-Notched Beam)	Оптимальный метод, пригодный для испытания различной керамики, характеризуется ограниченным разбросом экспериментальных данных [3].
	SENB  (Single Edge Notched Beam)	Приближенный (технологический) метод. Значения трещиностойкости могут быть значительно выше, определяемых по стандартным методам [3].

Таблица 3 -Трехэтапные методы других авторов

Схема метода	Испытанный образец
 Индентор Р Метод IF [6]	 Керамика LaCoO_3
Скалывание кромки [10]  P_f a	 Диоксидциркониевая керамика Prozyt

Анализ методов испытаний. Разрушение - локальный процесс, который при испытаниях на трещиностойкость можно условно разделить на три этапа: формирование источника разрушения (концентратора напряжения), зарождение трещины и ее неконтролируемое (или контролируемое) распространение. В соответствии с этим подходом современные методы испытаний на трещиностойкость формально делятся на две группы. К первой относятся двухэтапные методы (таблица 2), согласно которым на образец сначала наносится концентратор напряжения, и только после этого образец разрушается при изгибе.

Вторая группа объединяет трехэтапные методы, основанные на применении индентора и не предполагающие предварительного формирования концентратора напряжения в образце. Эти группы отличаются тем, что для первой из них необходимы образцы определенной формы и размеров, которые не всегда можно изготовить из испытуемого материала. Для второй группы (таблица 3) используются образцы произвольной формы (или керамические изделия), и при этом разрушается небольшой объем материала. При такой неформальной классификации методов следует обратить внимание на их принципиальные отличия. Вначале рассмотрим

методы (таблица 2), которые основываются на представлениях линейной механики разрушения, фактически предполагающей квазихрупкий процесс разрушения материала. В этом случае поверхностная энергия Гриффитса у заменена необратимой энергией диссипации в тонком слое пластических деформаций вблизи поверхности трещины, которая в тысячи раз больше величины γ . Керамика рассматривается как хрупкий материал, который разрушается, не достигая предела текучести, значение которого для нее обычно выше предела прочности.

Такой подход к изучению керамики равнозначен игнорированию всего многообразия ее структуры и деформационного поведения, что может быть причиной недостоверных оценок ее действительного сопротивления разрушению. С представлениями механики разрушения связан также трехэтапный метод 1Б, согласно которому разрушение керамики осуществляется с помощью индентора, т.е. метод в определенной мере близок к использованному в настоящей работе. Этот метод предусматривает не изучение распространяющихся трещин, что характерно для всех других методов испытаний на трещиностойкость, а анализ остановившихся трещин после внедрения индентора Виккерса в поверхность образца. Он применим только тогда, когда четко видны трещины, образовавшиеся у углов отпечатка индентора (таблица 3), что далеко не всегда реально на практике.

2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1 Объекты и методы исследования

Использовали промышленный нанокристаллический оксидный порошок (НП) Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3 , полученный методом плазмохимического синтеза марки УДПО ВТУ 4-25-90. ПХС имеют характерную форму полых сфер, состоящих из нанокристаллитов и аморфизированной межкристаллитной фазы. Размер сфер варьируется в пределах 100-1000 нм, размер кристаллитов, образующих сферу – 50-100 нм.

Порошок Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3 отжигали в атмосфере воздуха в высокотемпературной печи сопротивления при 1450°C в течение одного часа для перевода $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

С целью получения порошковых шихт заданных составов, улучшения технологических их характеристик и повышения активности отожженные порошки и добавки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» (рисунок 14) в течение 20 минут при частоте вращения размольных сосудов 20 Гц. Мелющими телами являлись диоксидциркониевые шары. Соотношение масс порошка и шаров составляло 1:3.



Рисунок 14 – Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»

Содержание компонентов в системе Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3 варьировали так, чтобы получить доэвтектический, эвтектический и заэвтектический

составы в соответствии с диаграммой состояния $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$, представленной на рисунке 15.

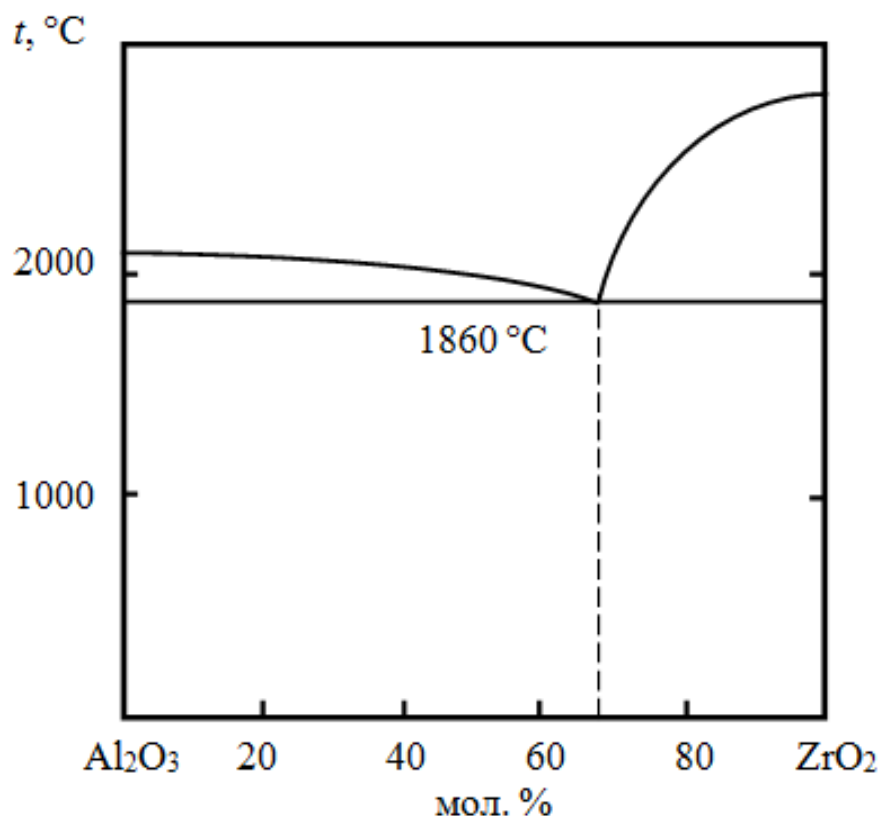


Рисунок 15 – Диаграмма состояния системы $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$

В результате изготовили 4 партии порошковых смесей, которые указаны в таблице 4.

Таблица 4 – Составы порошковых смесей

№	Содержание, мас. %
1	76,1% Al_2O_3 – 21,8% ZrO_2 – 2,1% Y_2O_3
2	31,7% Al_2O_3 – 62,2% ZrO_2 – 6,1% Y_2O_3
3	16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3
4	92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3

Обработанные порошки просеивали через сито № 0040 в течение 10 минут на виброприводе С. 1 для получения фракции < 40 мкм и пластифицировали водным раствором карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) из расчета: 5 мас. % КМЦ – 95 % порошка. Пластифицированные порошки

формовали методом одноосного прессования в стальной пресс-форме, давление прессования составляло 300 МПа. Полученные прессовки представляли собой цилиндры диаметром $25 \pm 0,01$ мм и высотой $5 \pm 0,01$ мм.

Спекание прессовок проводили в высокотемпературной печи сопротивления по режиму, приведенному на рисунке 19.

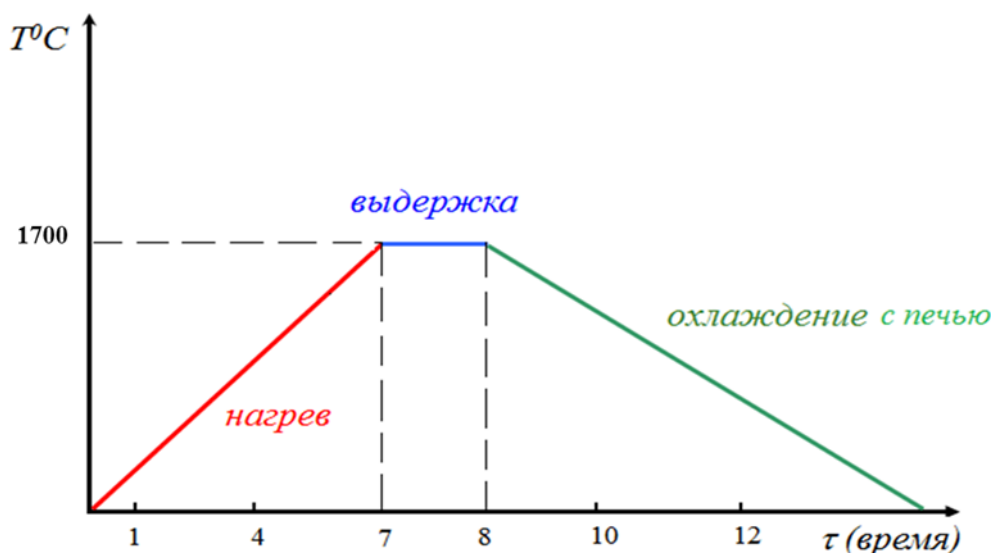


Рисунок 16 – Термический режим спекания керамических прессовок в высокотемпературной печи сопротивления

Плотность спеченных образцов ρ определяли методом гидростатического взвешивания в 96%-ом этиловом спирте ($\rho_{\text{сп}}=0,807 \text{ г/см}^3$ при 20°C) с погрешностью $\pm 0,001$ г. Также рассчитывали относительную плотность образцов Θ в соответствии с выражением:

$$\theta = \frac{\rho}{\rho_{\text{т}}} \cdot 100 \%,$$

где $\rho_{\text{т}}$ – теоретическая плотность керамики.

Шлифование, полирование

Шлифование осуществляется путем истирания поверхности образца при последовательном переходе к всё более и более мелкозернистому абразивному материалу. При каждой смене шкурки шлиф поворачивают на 90° . Шлифование предпринимается с целью уменьшить глубину деформированного металла до такой степени, чтобы последние его следы

можно было удалить полированием. Размер царапины и глубины слоя наклепанного под царапиной становятся меньше с уменьшением размера частиц абразива. Большое значение при шлифовке имеет давление, прикладываемое к образцу, находящемуся в контакте с абразивным материалом. Небольшое давление создает условия трения, в результате чего снимается недостаточное количество металла. Несколько более сильное давление вызывает эффект полирования, в то время как еще более сильное давление создает желаемые условия шлифования. Очень сильное давление приводит к нежелательным последствиям: к неравномерной величине царапин, появлению глубоких впадин и вдавливанию абразивных частиц в металл. В общем случае применение умеренно сильного давления неизменно дает наилучшие результаты. Полированием удаляют оставшиеся после тонкого шлифования мелкие дефекты поверхности, риски и т.п.

Образцы полировали алмазными пастами, полученные микрошлифы исследовали с помощью микроскопического комплекса «Лабомет-М».

Наноиндентирование – универсальное средство количественной характеристики физических свойств материалов в нано- и микродиапазонах. Наноиндентор Nano Indenter G 200 (рисунок 17) позволяет определять механические свойства нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов самых различных материалов – от мягких биологических до сверхтвердых алмазоподобных. В отличие от традиционных испытаний для определения микротвердости, подразумевающих одну меру проникновения для одного силового воздействия (например, по Виккерсу), при наноиндетировании силовое воздействие и глубину проникновения измеряют непрерывно как при движении индентора вглубь материала, так и при обратном движении. Данные о процессе нагружения/смещения содержат множество ценной информации. Наноиндентор Nano Indenter G 200 идеально подходит для определения характеристик тонких пленок и покрытий, а также объемных материалов. Образец легко подготовить; все, что требуется – гладкая плоская

поверхность. Никакой специальной подготовки "гантелек-образцов" для испытаний.

Основные возможности:

- 1, определение микротвердости по Берковиче H_{IT} ;
- 2, определение модуля Юнга E_{IT} ;
- 3, выявление зависимости свойств от глубины в высокоградиентных материалах;
- 4, определение положения границ и отдельное определение свойств материала пленки и субстрата в тонкопленочных структурах без приготовления поперечного шлифа и травли поверхности;
- 5, определение адгезионной прочности пленочных покрытий (скретч тест);
- 6, оценка контактной, усталостной и абразивной износостойкости.

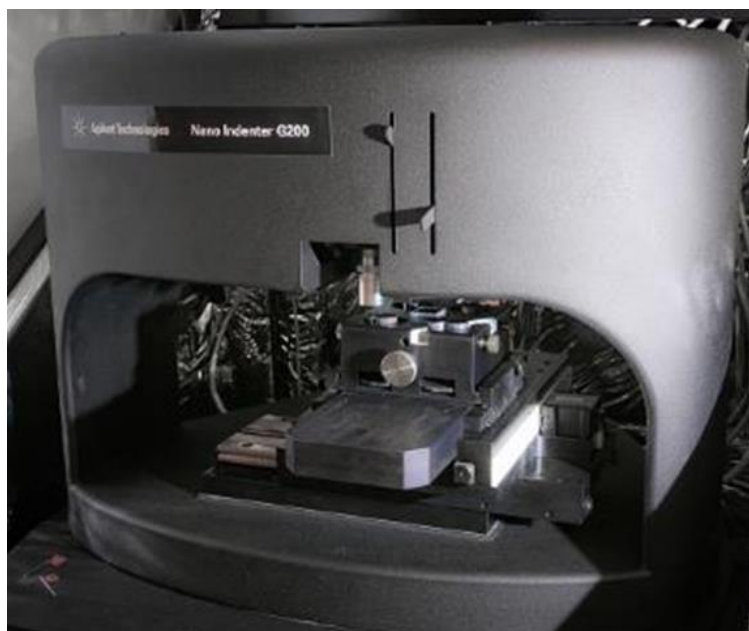


Рисунок 17 – Nano Indenter G200

Экспериментальная первичная кривая «нагрузка – внедрение» (диаграмма внедрения), непрерывно получаемая в процессе индентирования,

показана на рисунке 18. По диаграмме определяются следующие величины: пиковая нагрузка и глубина внедрения индентора $P_{\max}$ и $h_{\max}$, остаточная глубина после разгрузки h_f , и наклон начальной части кривой разгрузки $S = dP/dh$, который характеризует упругую жесткость контакта. При использовании в качестве индентора трехгранной пирамиды Берковича твердость исследуемой поверхности H определяется по следующей формуле:

$$H = \frac{P}{A} = 0,00387 \frac{P}{h_{\max}^2},$$

где P – нагрузка, прилагаемая к испытываемой поверхности, Н, A – площадь отпечатка под нагрузкой, мм², $h_{\max}$ – глубина внедрения индентора, мм.

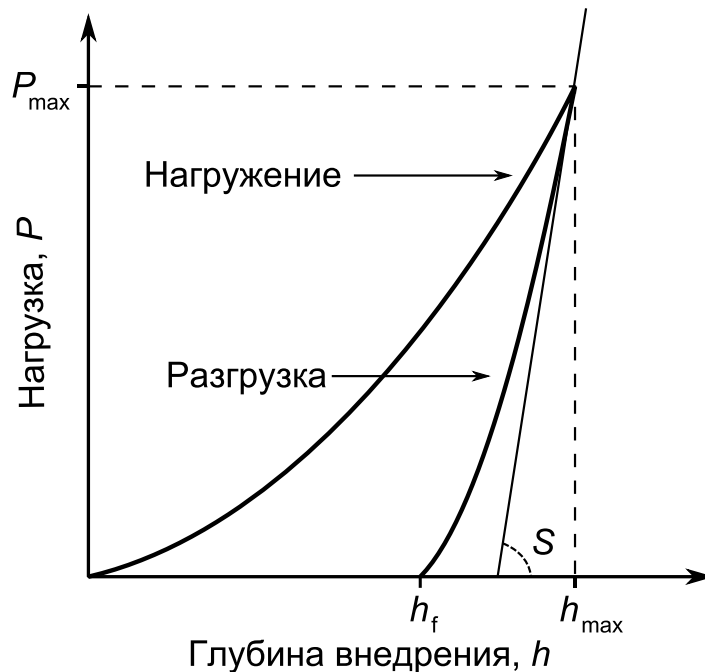


Рисунок 18 – Кривая «нагрузка – внедрение», получаемая в процессе индентирования

Модуль упругости исследуемого образца E определяется из приведенного модуля E_r , который рассчитывается по формуле:

$$E_r = \frac{(S\sqrt{\pi})}{2\beta\sqrt{A}}.$$

Здесь β является константой, которая зависит от геометрии индентора. Для осесимметричного индентора $\beta=1$, для индентора с квадратным

сечением (пирамида Виккерса) $\beta=1,012$, для индентора с треугольным сечением (пирамида Берковича) $\beta=1,034$. Окончательно модуль упругости исследуемого материала E рассчитывается с помощью выражения:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i},$$

где ν – коэффициент Пуассона исследуемого материала, E_i и ν_i – модуль упругости и коэффициент Пуассона материала индентора. Для алмаза $E_i=1141$ ГПа и $\nu_i=0,07$.

Прочность спеченной керамики определяли по методике «Scratch Testing» также с помощью прибора Nano Indenter G 200. Суть метода заключается в нанесении на исследуемую поверхность царапины заданной длины (200 мкм) под действием линейно возрастающей нагрузки (от 0 до 4 г), последующем определении глубины и ширины профиля. Прочность образцов рассчитывалась по формулам:

$$\sigma = \frac{F_n}{A_s \sin \alpha} \text{ и } A_s = \frac{a^2}{2\sqrt{3} \sin \alpha} + \frac{ah}{\cos \alpha},$$

где F_n – нормальная нагрузка, A_s – проекционная площадь отпечатка от пирамиды Берковича, a и h – ширина и глубина профиля царапины на дистанции 200 мкм соответственно, α - угол, для пирамиды Берковича равный 65° .

2.2 Результаты эксперимента

В таблице 5 приведены значения плотности образцов, спрессованных под давлением 300 МПа. Следует отметить, что все образцы имели правильную цилиндрическую форму, расслоя и осыпания кромок не наблюдалось.

Таблица 5 – Плотность прессовок

№	Состав, мас. %	$\rho_{\text{пр}}, \text{г/см}^3$	$\rho_{\text{т}}, \text{г/см}^3$	$\Theta_{\text{пр}}, \%$
1	76,1% Al_2O_3 – 21,8% ZrO_2 – 2,1% Y_2O_3	2,22	4,29	51,75
2	31,7% Al_2O_3 – 62,2% ZrO_2 – 6,1% Y_2O_3	1,96	5,04	38,89
3	16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3	1,31	5,36	24,44
4	92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3	2,84	5,78	49,13

В таблице 6 показаны значения плотности спеченных образцов.

Таблица 6 – Плотность спеченных образцов

№	Состав, мас. %	$\rho, \text{г/см}^3$	$\rho_{\text{т}}, \text{г/см}^3$	$\Theta, \%$
1	76,1% Al_2O_3 – 21,8% ZrO_2 – 2,1% Y_2O_3	3,25	4,29	75,76
2	31,7% Al_2O_3 – 62,2% ZrO_2 – 6,1% Y_2O_3	3,39	5,04	67,26
3	16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3	3,31	5,22	64,02
4	92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3	5,16	5,78	89,27

Из образцов керамической системы Al_2O_3 – ZrO_2 – Y_2O_3 исследованных составов повышенную плотность после спекания имел образец заэвтектического состава 76,1% Al_2O_3 – 21,8% ZrO_2 – 2,1% Y_2O_3 . Наибольшую плотность имел образец № 4 состава 92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3 . Данный состав соответствует частично-стабилизированному диоксиду циркония .

В таблице 7 и на диаграммах (рисунки 19...3) приведены физико-механические характеристики спеченных образцов, определенных по методике наноиндентирования.

Таблица 7 – Физико-механические свойства спеченной керамики

№	Содержание, мас. %	$E_{\text{IT}}, \text{Мпа}$	$H_{\text{IT}}, \text{Мпа}$	$H_{\text{MS}}, \text{Мпа}$	$\sigma, \text{Мпа}$
1	76,1% Al_2O_3 – 21,8% ZrO_2 – 2,1% Y_2O_3	356027	18519	11288	71
2	31,7% Al_2O_3 – 62,2% ZrO_2 – 6,1% Y_2O_3	329258	22095	12550	193
3	16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3	439240	24351	13779	274
4	92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3	230826	14908	8314	93

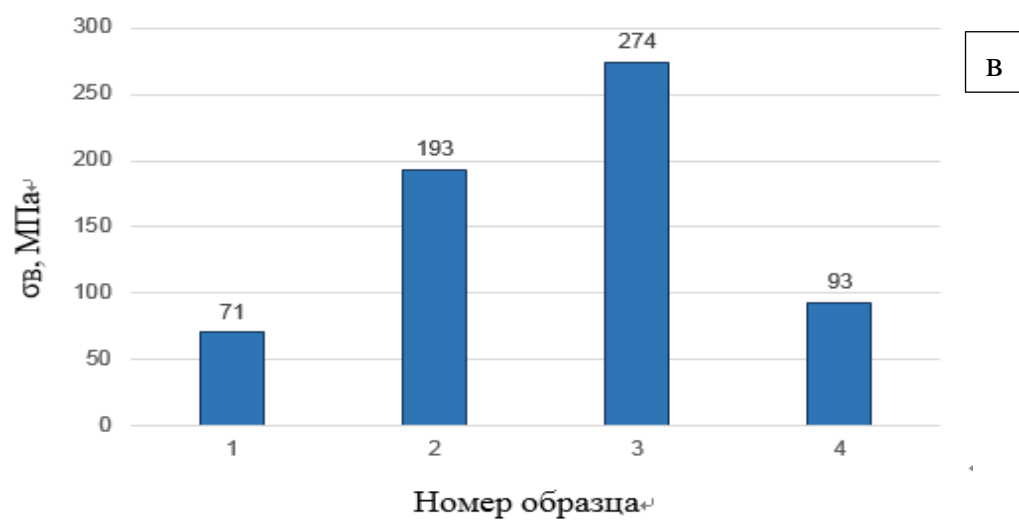
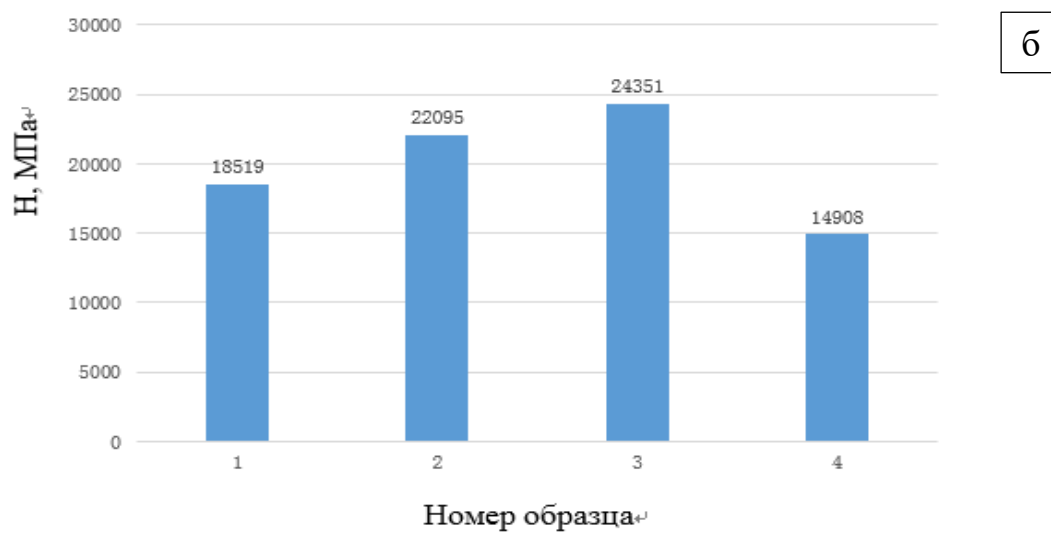
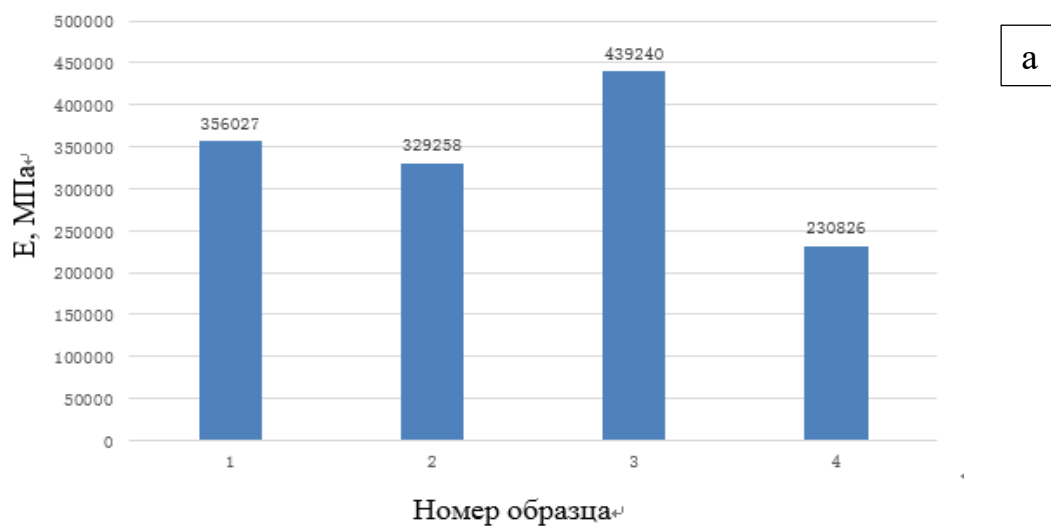
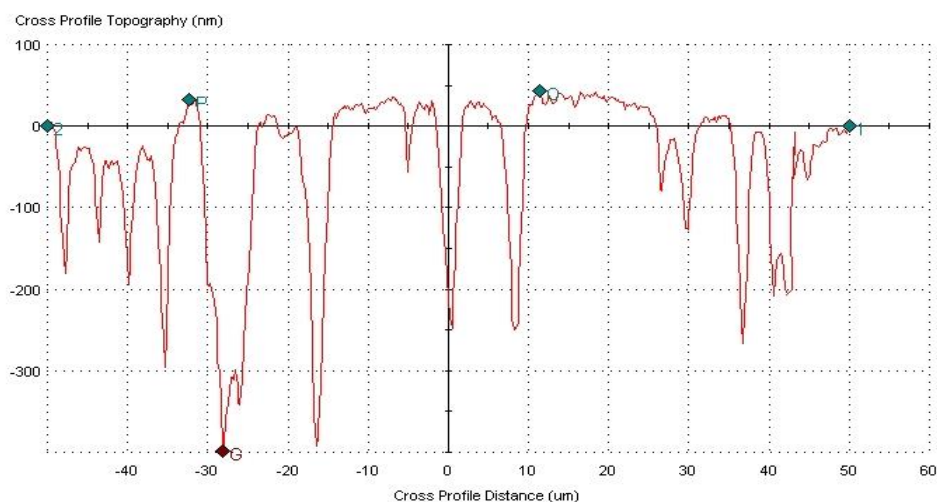
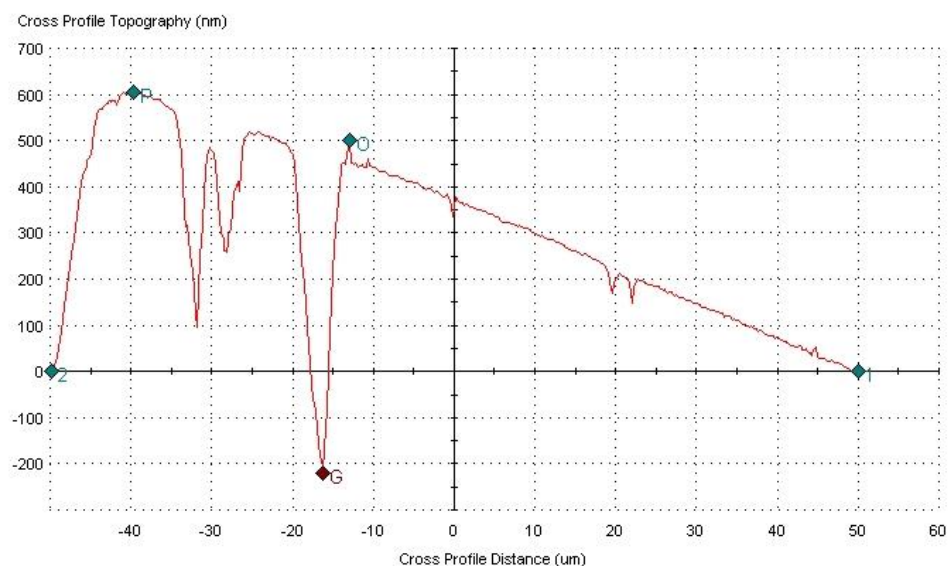


Рисунок 19 – Модуль нормальной упругости (а), нанотвердость (б) и прочность (в) спеченной керамики

На рисунке 20 показаны первичные графики, полученные во время проведения испытаний спеченных образцов по методике «Scratch Testing». По критическим точкам на полученных графиках, используя вышеприведенные формулы, были определены значения прочности образцов.

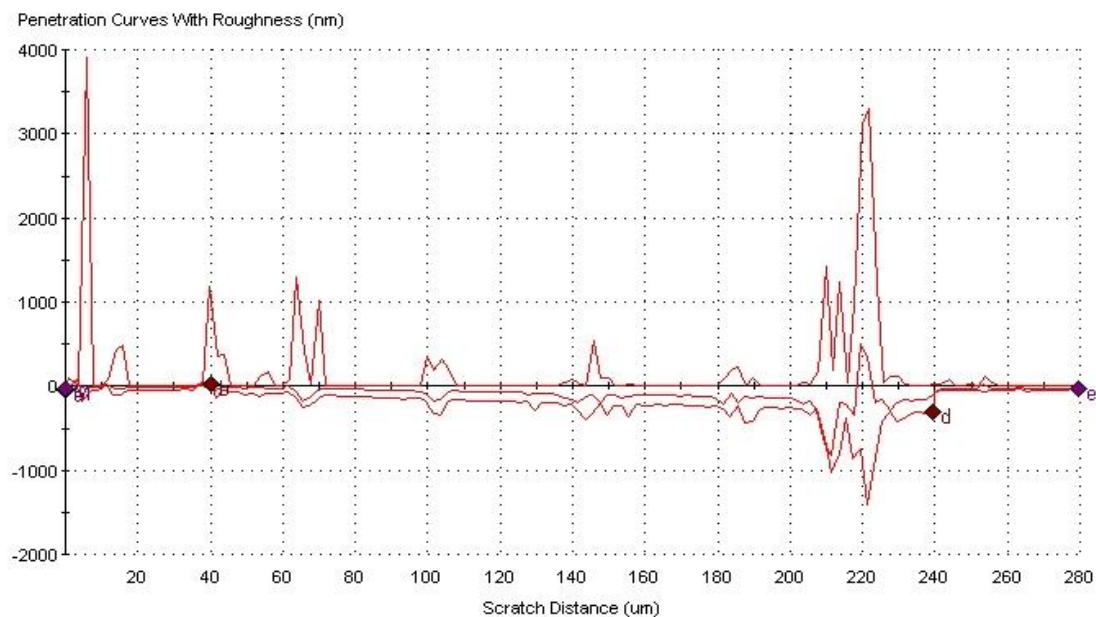


a₁)

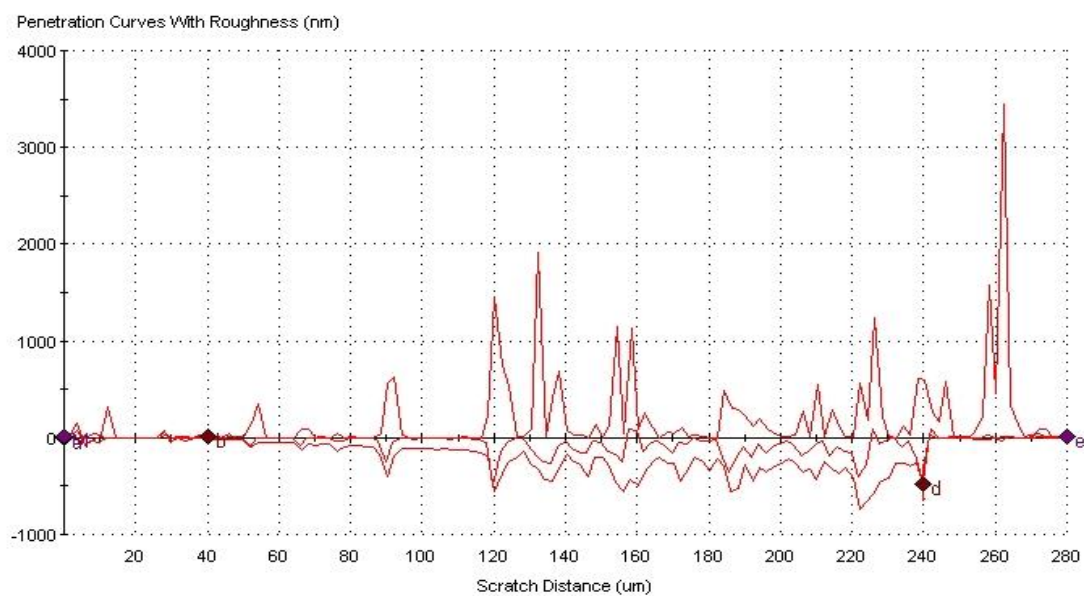


б₁)

Рисунок 20 – Профиль (a₁) и длина царапины (б₁) на поверхности образца1; Профиль (a₂) и длина царапины (б₂) на поверхности образца2; Профиль (a₃) и длина царапины (б₃) на поверхности образца3; Профиль (a₄) и длина царапины (б₄) на поверхности образца4.(a₁, б₁)

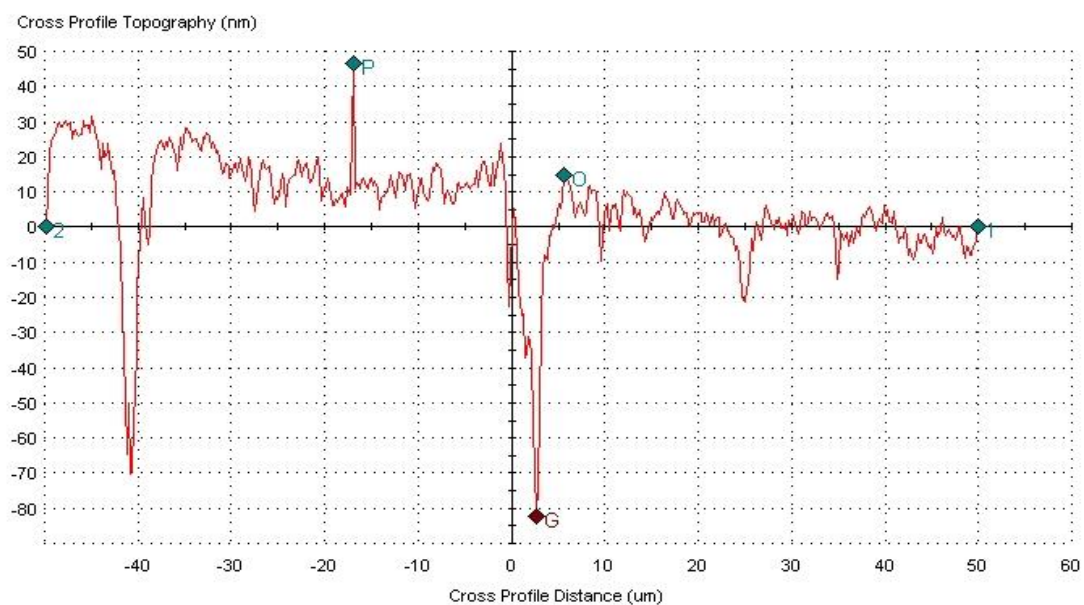


a₂)

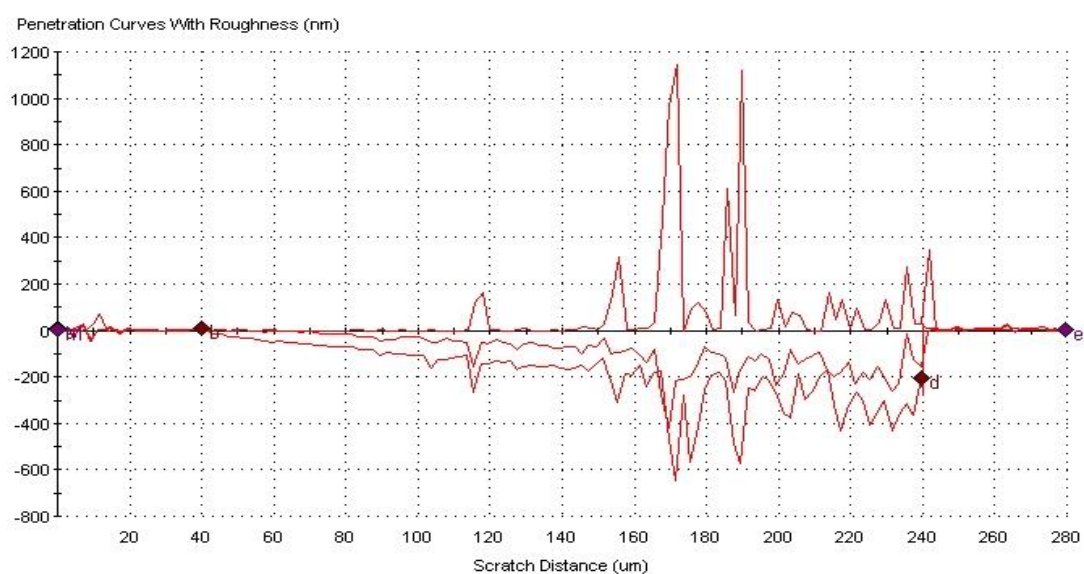


б₂)

Рисунок 20(продложение) – Профиль (a₁) и длина царапины (б₁) на поверхности образца1; Профиль (a₂) и длина царапины (б₂) на поверхности образца2; Профиль (a₃) и длина царапины (б₃) на поверхности образца3; Профиль (a₄) и длина царапины (б₄) на поверхности образца4(a₂, б₂)

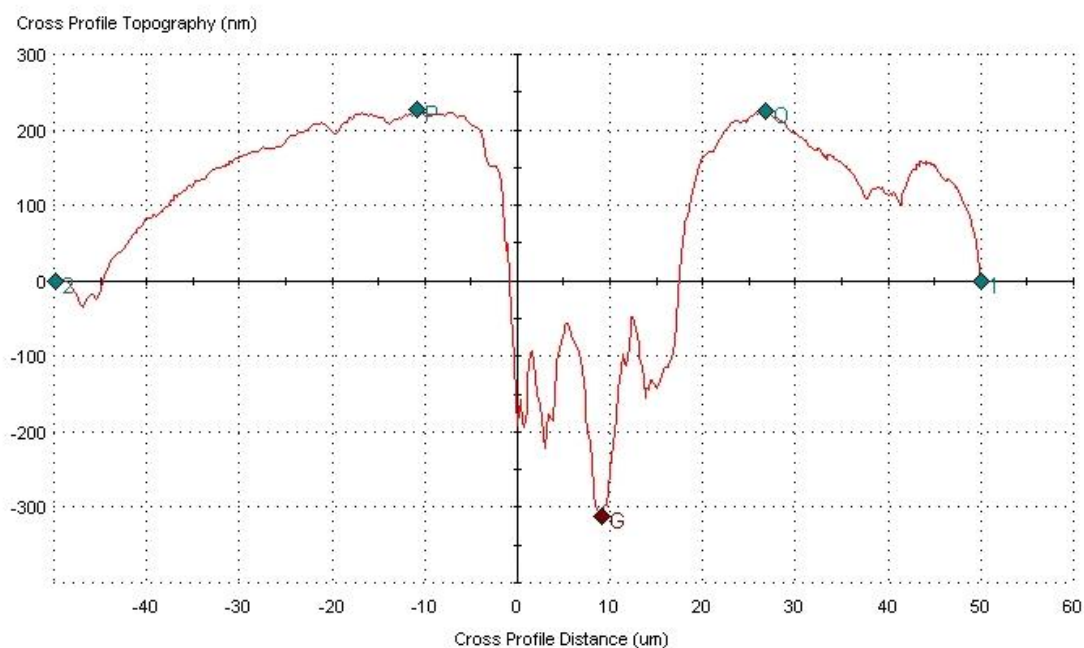


а₃)

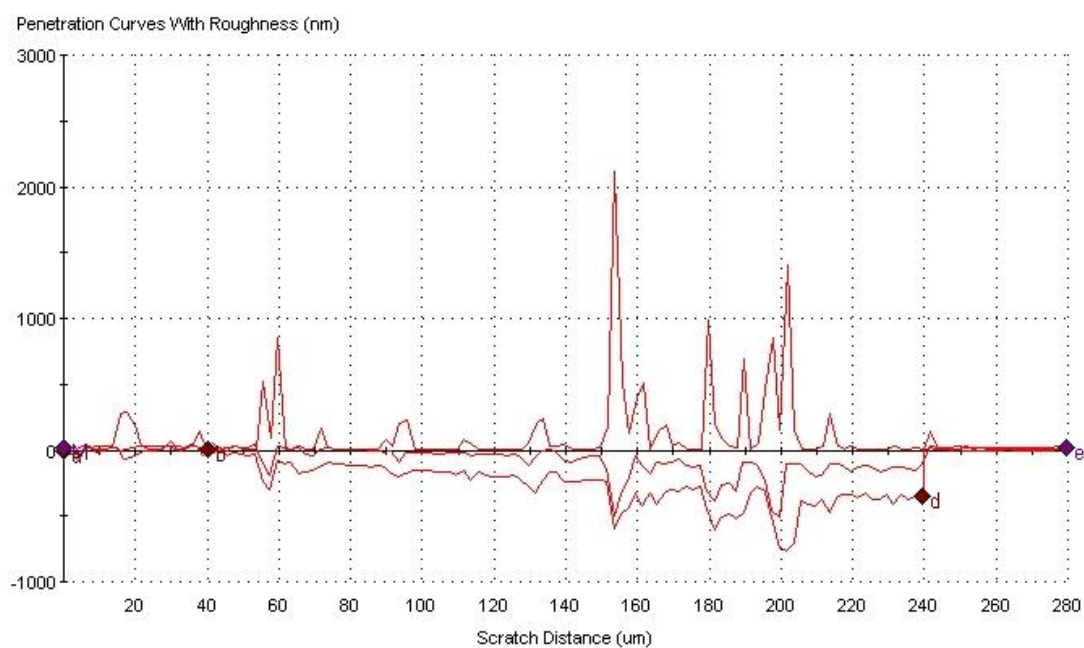


б₃)

Рисунок 20(продложение) – Профиль (а₁) и длина царапины (б₁) на поверхности образца1; Профиль (а₂) и длина царапины (б₂) на поверхности образца2; Профиль (а₃) и длина царапины (б₃) на поверхности образца3; Профиль (а₄) и длина царапины (б₄) на поверхности образца4(а₃,б₃)



a₄)



б₄)

Рисунок 20(продолжение) – Профиль (a₁) и длина царапины (б₁) на поверхности образца1; Профиль (a₂) и длина царапины (б₂) на поверхности образца2; Профиль (a₃) и длина царапины (б₃) на поверхности образца3; Профиль (a₄) и длина царапины (б₄) на поверхности образца4.(a₄.б₄)

Видно, что значения модуля нормальной упругости твердости керамики на основе корунда в целом соответствуют табличным (19-21 ГПа), в то время, как разброс значений прочности, определенной по методике царапания значителен. Это объясняется особенностью скрэч-метода:

дистанция царапания составляла 200 мкм, глубина варьировалась в пределах 100-800 нм, индентор часто останавливался на разупрочненных межзеренных границах. В целом, следует отметить, что методика скрэч-тестирования требует весьма качественную подготовку поверхности образцов. При этом они должны иметь минимальную остаточную пористость. Наиболее высокий уровень механических характеристик имел спеченный образец №3 состава 16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3 .

На рисунке 21 показана микроструктура поверхности спеченных образцов после травления.

Видно, что наименьшую пористость имели спеченные образцы № 3 и № 4 (составы 16,6% Al_2O_3 – 76% ZrO_2 – 7,4% Y_2O_3 и 92,9% ZrO_2 – 7,1% Y_2O_3). Эти данные коррелируют результатами определения плотности, твердости и прочности спеченных образцов (табл. 5 и 6).

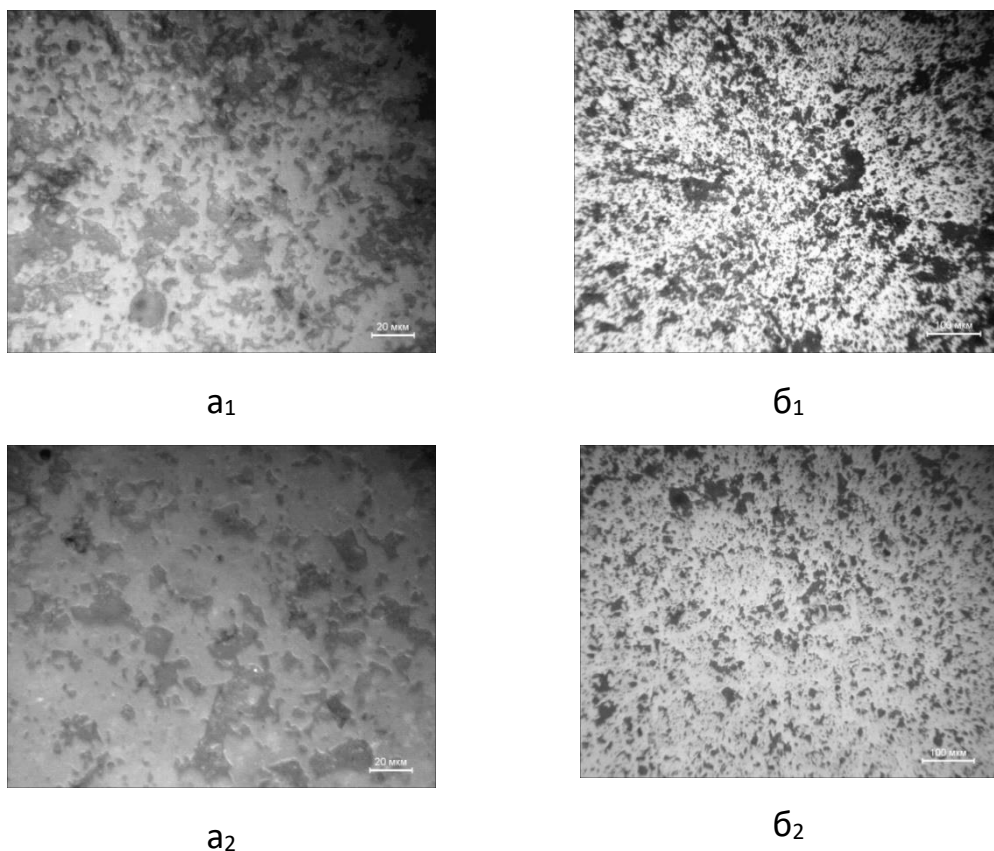
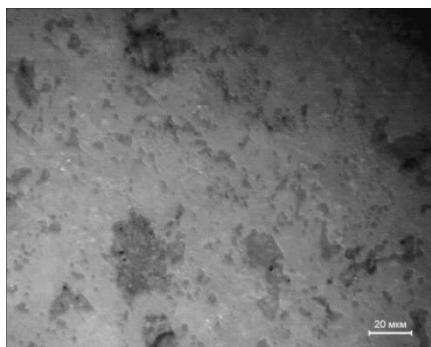
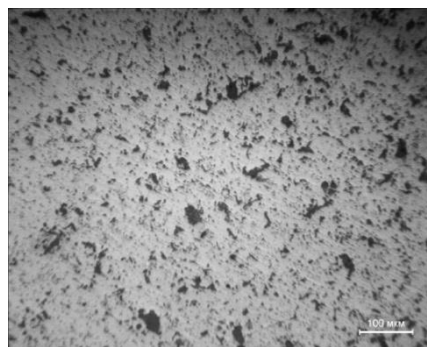


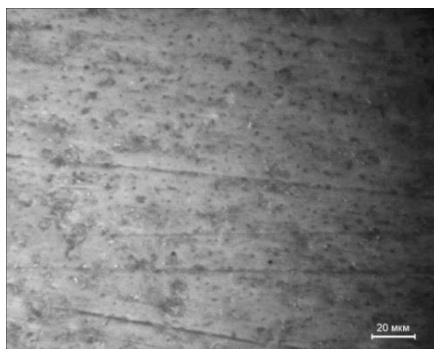
Рисунок 21 – Структура на поверхности спеченных образцов после травления № 1–4



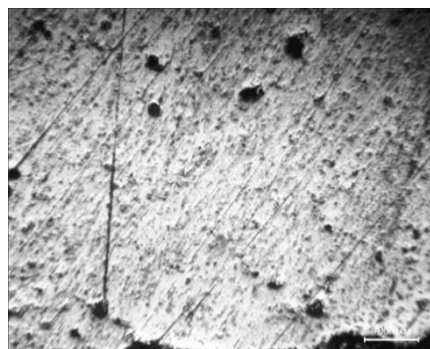
а₃



б₃



а₄



б₄

Рисунок 21(продложение) – Структура на поверхности спеченных образцов после травления № 1–4

Таблица 8–Трещиностойкости образцов №1-4

№	K_{Ic} МПа·м ^{1/2}
1	5,6
2	5,2
3	9,47
4	11,59

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
154Б30	Чжан Нань

Институт	ИСГТ	Кафедра	ММС
Уровень образования	бакалавриат	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

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

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	При проведении исследования используется база лабораторий НИ ТПУ кафедра ММС; В исследовании задействованы 2 человека: студент-исполнитель и научный руководитель. Образец спеченное изделие, фидсток Catamold420W, твердомер, Металлографический микроскоп, компьютер.
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	Для данной работы нормы и нормативы расходования ресурсов отсутствуют.
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	Данная работа не подлежит налогообложению.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	Расчет финансово-сметного расчета и финансового результата реализации проекта строительства скважины.
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	Планирование этапов работы, определение календарного графика трудоёмкости работы, расчет бюджета.
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	Оценка сравнительной эффективности проекта.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. <i>Оценка конкурентоспособности технических решений</i>
2. <i>Матрица SWOT</i>
3. <i>Альтернативы проведения НИ</i>
4. <i>График проведения и бюджет НИ</i>
5. <i>Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ</i>

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Попова Светлана Николаевна	К.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б30	Чжан Нань		

3 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ

3.1 Цели и результаты проекта

Таблица 9 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Российский научный фонд (РНФ)	Выполнение условий договора по НИР, получение отчета по НИР
Дипломник	Оплачиваемая работа по НИР, Возможность написать и защитить Бакалаврскую диссертацию. Публикации.
ТПУ	Публикации, аффилированные с ТПУ. Защита бакалаврской диссертации.

Таблица 10 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Исследование закономерностей консолидирования керамики на основе диоксида циркония, активированного добавлением в шихту порошки Al_2O_3 и Y_2O_3 в срок с сентября 2016 г по июнь 2017 г. Защитить бакалаврскую диссертацию в ТПУ 20.06.2017 г.
Ожидаемые результаты проекта:	бакалаврская диссертация
Критерии приемки результата проекта:	Публикации результатов работы в индексируемых отечественных и зарубежных журналах. Участие в конференциях.
Требования к результату проекта:	Требование:
	Успешная защита бакалаврской диссертации в ТПУ

3.2 Организационная структура проекта

Таблица 11 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо-затраты, час.
1	Матренин Сергей Вениаминович, ТПУ, ИФВТ, ММС, доцент.	Руководитель	Отвечает за реализацию проекта, координирует деятельность участников проекта.	280
2	Чжан Нань, ТПУ, студент	Ответственный исполнитель	Выполняет работы по проекту. Проводит исследования, пишет статьи и бакалаврскую диссертацию.	568
ИТОГО:				848

3.3 Ограничения и допущения проекта

Таблица 12 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	300000р
3.1.1. Источник финансирования	Российский научный фонд (РНФ)
3.2. Сроки проекта:	Сентябрь 2016 г – июнь 2017 г.
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	23.09.2016
3.2.2. Дата завершения проекта	20.06.2017
3.3. Прочие ограничения и допущения	Ограничение по времени использования научного оборудования (1 раз в месяц на оптическом микроскопе). Ограничение времени работы участников проекта (не более 12 часов в неделю)

3.4 Планирование и график НИР



Рисунок 22 – Иерархическая структура НИР

3.5 Календарный план проекта

Таблица 13 – Календарный план проекта

Название работы	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников (ФИО ответственных исполнителей)
Получение нанокристаллических оксидных порошков Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$, субмикронных	5	23.09.2016	28.9.2016	Матренин С. В. (доц.)
Изучение литературы по теме НИР	5	23.09.2016	28.09.2016	Чжан Нань(сту.)
Составление плана работ	2	23.09.2016	25.09.2016	Матренин С. В. (доц.)
Постановка целей и задач	1	27.10.2016	27.10.2016	Матренин С. В. (доц.), Чжан Нань(сту.)
Разработка составов смесей из порошков	1	07.11.2016	07.11.2016	Матренин С. В. (доц.)
Отжиг смесей при 1450°С	2	20.11.2016	22.11.2016	Матренин С. В. (доц.)
Помол в планетарной мельнице	2	02.12.2016	04.12.2016	Чжан Нань(сту.)
Пластифицирование смесей (5 масс. % КМЦ)	2	15.12.2016	17.12.2016	Чжан Нань(сту.)
Прессование при 300 МПа	1	21.12.2016	21.12.2016	Чжан Нань(сту.)
Спекание в печи при 1700°С, время выдержки 1 час	2	24.12.2016	26.12.2017	Матренин С. В. (доц.)
Определение плотности образцов после спекания	1	10.01.2017	10.01.2017	Чжан Нань(сту.)
Изготовление микрошлифов	2	15.02.2017	17.02.2017	Чжан Нань(сту.)

спеченных образцов, изучение пористости				
Наноиндентирование и исследование свойств спеченных образцов	3	01.03.2017	04.03.2017	Чжан Нань(сту.)
Определение прочности по результатам, полученным на наноиндентировании	1	05.03.2017	05.03.2017	Чжан Нань(сту.)
Фазовый анализ спеченных образцов	2	25.04.2017	27.04.2017	Чжан Нань(сту.)
Травление, изучение микроструктуры с помощью оптического микроскопа	2	04.05.2017	06.05.2017	Чжан Нань(сту.)
Построение графиков, диаграмм, таблиц	1	08.05.2017	08.05.2017	Чжан Нань(сту.)
Сравнительный анализ изображений	2	09.05.2017	10.05.2017	Чжан Нань(сту.)
Научное обоснование результатов	1	11.05.2017	11.05.2017	Матренин С. В. (доц.), Чжан Нань(сту.)
Нахождение взаимосвязей в результатах	1	11.05.2017	11.05.2017	Матренин С. В. (доц.), Чжан Нань(сту.)
Формулировка выводов	1	15.05.2017	15.05.2017	Матренин С. В. (доц.)
Составление отчета	5	17.05.2017	22.06.2017	Чжан Нань(сту.)
Защита отчета (ВКР)	1	20.06.2017	20.06.2017	Чжан Нань(сту.)

3.6 Составление сметы затрат

Расчет сметы затрат на исследование структуры и свойств керамики, полученной консолидацией наноразмерных порошков оксидов циркония и алюминия

В состав затрат на проведение эксперимента включается стоимость всех расходов, необходимых для реализации комплекса работ, составляющих содержание данного исследования. Расчет сметной стоимости на выполнение данной разработки производится по следующим статьям затрат:

- материалы и покупные изделия;
- заработная плата;
- отчисления в социальные фонды;
- расходы на электроэнергию;
- амортизационные отчисления на оборудование;
- прочие расходы.

3.6.1 Расчет затрат на материалы

Отражает стоимость материалов, используемых при разработке программного обеспечения.

Таблица 14 – Расходные материалы

Наименование материалов	Цена ед., (руб.)	Количество	Сумма, (руб.)
Микроскоп ЛабоМет - И	78000	1 шт.	78000
Персональный компьютер	30000	1 шт.	30000
Гидравлический пресс «Р-20»	20000	1 шт.	20000
Порошки ZrO_2	500	500 гр.	500
Флеш-карта 4 GB	300	1 шт.	300
Бумага формата А4	180	1 пач.	180
Картридж для принтера	500	1 шт.	500
Канцтовары	30	1 шт.	30
Тетрадь	20	1 шт.	20
Лабораторные весы типа Вул-250	1450	1 шт.	1450
Итого			130980

Согласно таблице 6 расход на материалы составляет
 $C_{\text{мат}}=78000+30000+20000+1450+500+300+180+500+30+20=130980$ рублей.

3.6.2 Расчет заработной платы

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 –30 % от тарифа или оклада.

Заработную плату:

$$З_{\text{зп}} = З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}$$

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

$З_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата (15 % от $З_{\text{осн}}$).

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

$$З_{\text{осн}} = З_{\text{дн}} \cdot T_p$$

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

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

$З_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

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

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

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

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 15).

Таблица 15 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Значение, чел.-дн.
Календарное число дней	365
Количество нерабочих дней	118
Потери рабочего времени	0
Действительный годовой фонд рабочего времени	247

Месячный должностной оклад работника:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{тс}} \cdot k_{\text{р}}$$

где $З_{\text{тс}}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

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

$k_{\text{т}}$ – тарифный коэффициент, учитывается по единой.

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 8.

Таблица 16 – Расчёт основной заработной платы исполнители.

Исполнители	Разряд	$k_{\text{т}}$	$З_{\text{тс}}$, руб.	$k_{\text{р}}$	$З_{\text{м}}$, руб.	$З_{\text{дн}}$, руб.	$T_{\text{р}}$, раб. дн.	$З_{\text{осн}}$, руб.
Руководитель	1	1	26400	1,3	34320	1445	16	23120

3.6.3 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$З_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot З_{\text{осн}}$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды, равен 30,2%.

Отчисления во внебюджетные фонды:

$$З_{\text{внеб}} = 0,302 \cdot 23120 = 6982 \text{ руб.}$$

3.6.4 Расчет затрат на электроэнергию

Затраты на электроэнергию состоят из затрат на электроэнергию при работе оборудования во время разработки проекта, и из затрат на электроэнергию, потраченную на освещение.

Затраты на электроэнергию при работе оборудования для технологических целей рассчитывают по формуле:

$$\mathcal{E}_{об} = P_{об} \cdot C_{э} \cdot t_{об},$$

где $\mathcal{E}_{об}$ – затраты на электроэнергию потребляемую оборудованием, руб.;

$P_{об}$ – мощность, потребляемая оборудованием, кВт;

$C_{э}$ – тарифная цена за 1кВт·час, $C_{э} = 5.27$ руб.;

$t_{об}$ – время работы оборудования, час.

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 17.

Таблица 17 – Затраты на электроэнергию для технологических целей

Наименование оборудования	Время работы оборудования, час, $t_{об}$	Потребляемая мощность, $P_{об}$, кВт	Цена, $C_{э}$, руб.	Затраты, $\mathcal{E}_{об}$, руб.
Персональный компьютер	500	0,3	5.27	792
Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»	120	2	5.27	1267
Камерная вакуумная печь типа СНВЭ	72	5	5.27	1901
Микроскоп ЛабоМет - И	120	1	5.27	634
Гидравлический пресс «Р-20»	240	7	5.27	8872

Лабораторные весы типа Вул-250	120	0.5	5.27	317
Наноиндентор G200	72	1	5.27	380
Итого				14163

3.6.5 Расчет амортизационных расходов

Затраты на амортизацию оборудования рассчитываются по формуле:

$$З_{об} = (\Pi \cdot F_{ф}) / (F_{н} \cdot F_{сс}),$$

где Π – цена оборудования, р.; $F_{н}$ – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч; $F_{сс}$ – срок службы оборудования, год; $F_{ф}$ – фактическое время занятости оборудования в НИР, ч. $F_{н} = 365 - 104 - 11 = 250$ дней = 2000 ч.

Вычисленная амортизация оборудования представлена в таблице 18.
Данные взяты на основе отчета лаборатории.

Таблица 18 – Затраты на амортизацию оборудования

Наименование оборудования	Цена, Π , руб.	Срок службы, $F_{сс}$, год	Время эксплуатации, $F_{ф}$, ч.	Затраты, $З_{об}$, руб.
Камерная вакуумная печь типа СНВЭ	3697000	10	72	13309,2
Наноиндентор G200	2978000	10	72	10720,8
Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»	400000	10	120	2400
Итого				26430

3.6.6 Расчет затрат на научные и производственные командировки

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и

телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$З_{\text{накл}} = (\text{сумма статей 1 – 4}) \cdot k_{\text{нр}}$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. можно взять в размере 16%.

$$З_{\text{накл}} = (130980 + 26430 + 23120 + 6982) \cdot 0,16 = 30002 \text{ руб.}$$

3.6.7 Смета затрат на НИР

Проведя расчет сметы затрат на НИР, можно определить общую стоимость.

Таблица 19 – Смета затрат на НИР.

№	Статья затрат	Сумма, руб.
1	Материалы и покупные изделия	130980
2	Основная заработная плата	23120
3	Отчисления на социальные нужды	6982
4	Расходы на электроэнергию	14163
5	Амортизационные отчисления	26430
6	Накладные расходы	30002
Итого		231677

В целом по главе можно сделать следующие выводы:

1) Рассчитана длительность этапов проектирования и построен сетевой график. Время проведения НИР – 75 дней.

2) Рассчитана смета затрат на НИР. Расходы на данную НИР составляют 268300,08 рублей.

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

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности. Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

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

где $I_{\text{Финр}}^{\text{исп. } i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} = 1$, – интегральный финансовый показатель разработки;

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

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

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

3.7.1 Анализ и оценка научно-технического уровня проекта

Для оценки научной ценности, технической значимости и эффективности проекта необходимо: рассчитать коэффициент научно-технического уровня. Коэффициент НТУ рассчитывается при помощи метода балльных оценок, в котором каждому из признаков НТУ присваивается определенное число баллов по принятой шкале. Общую оценку приводят по

сумме баллов по всем показателям с учетом весовых характеристик. Общая оценка рассчитывается по формуле:

$$НТУ = \sum_{i=1}^n k_i \cdot П_i$$

где k_i – весовой коэффициент i – го признака;

$П_i$ – количественная оценка i – го признака.

Таблица 20 – Весовые коэффициенты НТУ

Признаки НТУ	Весовой коэффициент
Уровень новизны	0.5
Теоретический уровень	0.4
Возможность реализации	0.2

Таблица 21 – Шкала оценки новизны

Баллы	Уровень
1-4	Низкий НТУ
5-7	Средний НТУ
8-10	Сравнительно высокий НТУ
11-14	Высокий НТУ

Таблица 22 – Значимость теоретических уровней

Характеристика значимости теоретических уровней	Баллы
Установка законов, разработка новой теории	10
Глубокая разработка проблем, многосторонний анализ, взаимозависимость между факторами	8
Разработка способа (алгоритм, вещество, устройство, программы)	6

Элементарный анализ связей между факторами (наличие гипотезы, объяснение версий, практические рекомендации)	2
Описание отдельных факторов (вещества, опыта, результатов)	0.5

Таблица 23 - Возможность реализации по времени и масштабам

Время реализации	Баллы
В течение первых лет	10
От 5 до 10 лет	4
Свыше 10 лет	2
Масштабы реализации	Баллы
Одно или несколько предприятий	2
Отрасль	4
Народное хозяйство	10

$$k_1 = 0.5, \Pi_1 = 6, k_2 = 0.4, \Pi_2 = 7,$$

$$k_3 = 0.2, \Pi_3 = 10, k_4 = 0.2, \Pi_4 = 4.$$

$$НТУ = 0,5 \cdot 2 + 0,4 \cdot 7 + 0,2 \cdot 10 + 0,2 \cdot 4 = 6,6$$

По полученным результатам расчета коэффициента научно-технического уровня можно сделать вывод, что данный проект имеет среднюю значимость теоретического и практического уровня, и при этом используется в широком спектре отраслей.

Выводы: в экономическом разделе выпускной квалификационной работе подробно приведен «портрет» потребителя. Было проведено планирование и составлены графики научно технического исследования. Всего требуется 75 рабочих дней на реализацию научно технического исследования. Составлена смета затрат на научно техническое исследование.

Проведен расчет амортизационных вложений, расчет заработной платы, эксплуатационные и накладные расходы. Величина затрат на реализацию НТИ составила 231677 рублей.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
154Б30	Чжан Нань

Институт	ИСГТ	Кафедра	Материаловедение в машиностроении
Уровень образования	бакалавриат	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения: – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) – чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)	Работа выполнялась на кафедре ММС Национального исследовательского Томского Политехнического Университета. Рабочей зоной являлись 6 лаборатории общей площадью 180 м², включающие 6 персональных компьютеров, оптический микроскоп, микротвердомер ПМТ-3, установка «Смеситель С 2.0», мельница «Активатор-2SL». На производительность находящегося на рабочем месте, могут влиять следующие вредные производственные факторы: отклонение температуры и влажности воздуха от нормы, недостаточная освещенность рабочего места, повышенный уровень электромагнитных излучений. Кроме того, работник может подвергаться действию опасных факторов: поражение электрическим током, возникновение пожаров в результате короткого замыкания. Негативное воздействие на окружающую среду в процессе работы практически отсутствует. Наиболее вероятно возникновение чрезвычайных ситуаций техногенного характера в результате производственных аварий и пожаров.
2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме	Анализ законодательных и нормативных актов по теме.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Техногенная безопасность 1.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства) 1.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой	Основными причинами воздействия тока на человека являются: случайное прикосновение к токоведущим частям; появление напряжения на металлических частях оборудования в результате повреждения изоляции или ошибочных действий персонала. Недостаточная освещенность способствует возрастанию нагрузки на органы зрения и приводит к утомляемости организма. Необходимо обеспечить оптимальное сочетание общего и местного освещения. Электромагнитное излучение негативно влияет на костные ткани, ухудшает зрение,
---	--

произведённой среды в следующей последовательности – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)	повышает утомляемость, а также способствует ослаблению памяти и возникновению онкологических заболеваний. С целью снижения вредного влияния электромагнитного излучения при работе с ПК необходимо соблюдать следующие общие гигиенические требования: продолжительность непрерывной работы взрослого пользователя не должна превышать 2 ч; Основные факторы, характеризующие микроклимат производственной среды: температура; подвижность и влажность воздуха. Для поддержания нормальных параметров микроклимата в рабочей зоне применяются следующие мероприятия: устройство систем вентиляции; кондиционирование воздуха и отопление. С точки зрения электробезопасности (ГОСТ 12.1.030-81) оборудование, запитываемое напряжением выше 42 В, должно быть заземлено. При приближении грозы необходимо оперативно закончить работу на компьютере и отключить его от сети. Кроме того, обязательно должна быть предусмотрена возможность быстрого отключения напряжения с разделительного щита. Источниками термической опасности в лаборатории являются печи. Защита от термических ожогов осуществляется изоляцией нагретых поверхностей материалами, плохо проводящими тепло (защитные кожухи).
2. Региональная безопасность - анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); - анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы); - анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); - разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.	Защита селитебной зоны. Обосновать необходимость применения следующих средств защиты селитебной зоны: санитарно-защитная зона, установление требований защиты к проектируемому зданию, технологическому процессу, оборудованию. Защита атмосферы. Указать источники загрязнения атмосферы и основные загрязнители. Нормирование загрязнителей. Методы защиты от выбросов в атмосферу. Защита гидросферы. Указать источники загрязнения гидросферы и основные загрязнители. Нормирование загрязнителей. Методы средства очистки воды. Защита литосферы. Виды отходов, образующихся при разработке и эксплуатации технического решения. Планирование сбора отходов. Обращение с образующимися отходами (переработка, захоронение).
3. Организационные мероприятия обеспечения безопасности. - специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового	Рабочее место должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032-78. В соответствии с СН-245-71 в помещении должен быть организован воздухообмен

законодательства; - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	В соответствии с СН-181-70 рекомендуются следующие цвета окраски помещений: потолок - белый или светлый цветной; стены - сплошные, светло-голубые; пол - темно-серый, темно-красный или коричневый.
4. Особенности законодательного регулирования проектных решений.	Данное исполнение законодательной базы контролирует федеральная инспекция труда при Министерстве труда и социальной защиты Российской Федерации. В лаборатории должен осуществляться контроль над охраной труда специальной комиссией. Комиссия должна наблюдать за рабочей обстановкой и докладывать о нарушениях заведующему лаборатории.
5. Безопасность в чрезвычайных ситуациях. - перечень возможных ЧС на объекте; - выбор наиболее типичной ЧС; - разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; - разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий	Возможные ЧС на объекте: техногенного характера - производственные аварии и пожары; Наиболее типичной ЧС для лабораторий являются пожары на производстве. В целях предотвращения возгорания необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с электрооборудованием. Для повышения устойчивости объекта к пожарам необходимо использовать огнеупорные материалы, а также ознакомить персонал с режимом работы объекта в случае возникновения ЧС и обучить выполнению конкретных работ по ликвидации очагов поражения. Предусмотренные средства пожаротушения (согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02-85): огнетушитель ручной углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре). Кроме того, каждое помещение оборудовано системой противопожарной сигнализации.
Перечень графического материала:	
При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Штейнле Александр Владимирович	К. м. н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б30	Чжан Нань		

4 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Данная ВКР основана на проведение научных исследований структуры и физико-механических свойств керамики на основе диоксида циркония. Работы проводились в лаборатории ММС Института физики высоких технологий томского политехнического университета. В процесс исследований входили следующие операции – подготовка образцов (отжиг, помол, прессование, полировка, шлифование термическая обработка, анализ наноиндентором)..

Участок подготовительных работ включает в себя следующие оборудование – энергонапряжённая планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL», гидравлический пресс (номинальное усилие 20 тонн), вибропривод с набором сит, печь сопротивления.

На участке испытательных работ использовалось оборудование – металлографический микроскоп «ЛабoМет», микротвердомер ПМТ – 3, Nano Indenter G200, печь сопротивления, ДРОН-3.

4.1 Техногенная безопасность

По характеру физической нагрузки работа инженера относится к разряду легких, но она сопряжена с большой умственной и нервно-психологической нагрузкой. Длительная работа в помещении при плохой вентиляции, повышенной или пониженной температуре и влажности воздуха, плохом освещении неблагоприятно сказывается на здоровье работающего, что неизбежно влечет за собой снижение производительности труда.

На производительность труда инженера-разработчика, находящегося на рабочем месте, влияют следующие опасные и вредные производственные факторы (О и В ПФ ГОСТ 12.0.003-74):

4.1.1 Анализ вредных факторов производственной среды

4.1.1.1 Вредные вещества

К вредным факторам на производстве относятся: физические факторы (наличие пыли в воздухе рабочей зоны, недостаточное освещение рабочего места, слишком высокая или низкая температура воздуха, производственный шум).

Наличие пыли в воздухе рабочей зоны может привести к ухудшению состояния здоровья работника. В лаборатории, где проводятся работы с порошковыми материалами, необходимо соблюдать предельно допустимую концентрацию вредных веществ в воздухе (ПДК). В случае превышения ПДК у работников лаборатории может случиться головокружение, потеря сознания, нарушение памяти и пр. Исходя из этого, следует внимательно контролировать ПДК веществ в лаборатории.

Основными порошковыми материалами во время работы являются ZrO_2 , Al_2O_3 , Y_2O_3 , ПДК этих веществ в воздухе рабочей зоны приведены в таблице 24.

Таблица 24 – Гигиенические нормативы

Наименование вещества	Величина ПДК, (мг/м ³) *	Класс опасности
ZrO_2	0,5	4
Al_2O_3	0,5	4
Y_2O_3	6	4

4 - вещества мало опасные, в соответствии с классификацией [21].

*Предельно допустимая концентрация порошка в воздухе рабочей зоны не должна превышать 10 мг/м³ [22].

Для предотвращения попадания вредных веществ в организм работника рекомендуется использовать средства индивидуальной защиты. К средствам индивидуальной защиты относятся:

- респираторы, противогазы;

- очки;
- перчатки;
- специальная противопылевая одежда;
- защитные пасты и мази.

Контролем содержания вредных примесей в воздухе и на рабочих местах занимается санитарная лаборатория. Рабочая зона должна быть снабжена вытяжной вентиляцией, обеспечивающей содержание веществ в воздухе в пределах ПДК по ГОСТ 12.4.011–89 ССБТ [23].

4.1.1.2 Освещённость

Так же лаборатория должна быть хорошо освещена. Помещения закрытого типа могут освещаться односторонним боковым естественным, совмещенным, общим искусственным или местным освещением.

Недостаточная освещенность увеличивает зрительную нагрузку и повышает зрительную усталость. Так же приводит к развитию офтальмологических заболеваний.

Нормативные показатели освещенности лабораторий в соответствии с СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03 и СНиП 23–05–95 представлены в таблице 25 [24,25].

Таблица 25 - Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения основных помещений общественного здания

Помещение	Естественное боковое освещение КЕО, %	Совмещенное освещение КЕО, %	Искусственное освещение	
			Освещенность при общем освещении, лк	Коэффициент пульсации, % не более
Лаборатории научно-технические	1,2	2,1	500	10

4.1.1.3 Микроклимат

Комфортные условия микроклимата в лаборатории обеспечивают высокую производственную эффективность и профилактику заболеваний. При нарушении норм микроклимата у работников лаборатории появляется чувство усталости, снижается работоспособность и увеличивается риск возникновения заболеваний.

Для создания оптимальных значений микроклимата в помещения необходимо, чтобы системы отопления, вентиляции и кондиционирования соответствовали СНиП 41-01-2003 [26].

Оптимальные условия микроклимата в лаборатории приведены в таблице 26, согласно СанПиН 2.2.4.548–96 [27].

Таблица 26 - Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей °С	Отн. влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Хол.	IIa (175-232)	19-21	18-22	60-40	0,2
Тепл.		20-22	19-23	60-40	0,2

4.1.1.4 Шум

Во время работы в лаборатории должен соблюдаться определенный уровень шума, не превышающий нормы [28]. Длительное влияние шума на работника приводит к подавлению психического состояния и снижению работоспособности. Так же может возникнуть развитие неврита слухового нерва. Снижения воздействия шума осуществляется путем применения звукоизолирующих кожухов на рабочей установке. Средствами индивидуальной защиты работника от шума являются звукоизоляционные наушники и беруши.

Одним из приборов в лаборатории, издающих шум, является шлифовальный станок, предназначенный для шлифовки/полировки образцов. На станке при типовых условиях эксплуатации на рабочем месте оператора уровень звука не превышает 70 дБА. При работе станка на холостом ходу при частоте вращения диска 1000 об/мин уровень звука на рабочем месте составляет 66 дБА. Корректированный уровень звуковой мощности составляет 77 дБА. Неопределенность измерения звуковой мощности соответствует стандарту ИСО 3746 и при доверительной вероятности 95% равна $\pm 1,96 \sigma_R$ от измеренного значения, где $\sigma_R = 3$ дБА.

Таблица 27 - Предельно допустимые уровни звука и эквивалентные уровни звука на рабочих местах для трудовой деятельности разных категорий тяжести и напряженности в дБА

Категория напряженности трудового процесса	Категория тяжести трудового процесса				
	Легкая физ. нагрузка	Средняя физ. нагрузка	Тяжелый труд 1 степени	Тяжелый труд 2 степени	Тяжелый труд 3 степени
Напряженность легкой степени	80	80	75	75	75

Данный прибор во время работы производит количество шума, не превышающее нормы, согласно СН 2.2.4/2.1.8.562-96.

4.1.2 Анализ опасных факторов производственной среды

Опасный производственный фактор - фактор, воздействие которого на работника может привести к его травме (огонь, электрический ток, движущиеся предметы, взрыв и т.д.).

4.1.2.1 Механические и термические повреждения

Во время компактирования порошковых материалов, при несоблюдении техники безопасности, указанной в ГОСТ 10480-88, может произойти разрушение пресс формы [29]. Разрушение пресс-формы может привести к механическим повреждениям работников лаборатории и остановить рабочий процесс.

Спекание компактов производится в термических печах при температурах выше 600 °С. Поэтому работнику, перед работой необходимо ознакомиться с инструкцией и соблюдать технику безопасности согласно ГОСТ 27209.1-89. В случае несоблюдения требований работник может получить термические ожоги, вплоть до 4 степени.

4.1.2.1 Электробезопасность

Так же в лаборатории при работе за приборами имеет большое значение электробезопасность. Контроль и исполнение норм электробезопасности выполняется в соответствии ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ. На всех приборах предусмотрена: изоляция, зануление металлического корпуса в соответствии с ГОСТ 12.1.030–81 [30,31].

Помещение лаборатории относится к 1-ой категории по условиям опасности поражения электрическим током, без опасности поражения электрическим током, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность [32].

4.2 Региональная безопасность

4.2.1 Защита атмосферы

В настоящий момент в нормативно-правовой базе РФ отсутствуют утвержденные Госсанэпиднадзором санитарные нормы и показатели,

требования и правила безопасности при производстве различных видов порошковых материалов, соблюдение которых обеспечило бы промышленную безопасность и охрану труда. На работе в лаборатории работникам следует придерживаться ряда определенных правил безопасности, что позволит избежать контакта с частицами. В основе данных правил лежат два положения:

- агломераты частиц достигают размеров в десятки или сотни микрометров, поэтому их поведение подобно микрометровым пылевидным частицам;

Технический контроль на производстве осуществляется с помощью устройств, предотвращающих попадание дисперсных частиц в воздух рабочей зоны, а также забирающих эти частицы из воздуха рабочей зоны. Методы контроля должны иметь чувствительность не ниже нижней границы диапазона (~ 5 мкм) [33].

Удерживание или предотвращение попадания наночастиц в воздух должно является основным методом на производстве. Для предотвращения попадания наночастиц, размеры которых находятся у нижней границы диапазона нужно использовать устройства, работающие с газами (вакуумно-плотные сосуды).

Применение систем местной вытяжной вентиляции с использованием встроенных вентиляторов вытяжных шкафов. Эффективность улавливания должна быть достаточно высокой.

4.2.2 Защита гидросферы

Работы в лаборатории проходят с использованием сухих порошков без жидких примесей. Утилизация отходов путем слива в канализацию не проводят. В случае попадания наночастиц в воду, его концентрация будет незначительна и не повлияет на здоровье человека.

4.2.3 Защита литосферы

Попадая в литосферу, порошковые материалы могут менять микробиологическую и ферментативную активность почв, активно вступая во взаимодействие с живыми организмами, обитающими в этой среде.

Основными положениями по защите литосферы являются:

- утилизация одноразовых средств индивидуальной защиты должна проходить в специальные герметичные контейнеры;
- попадание наночастиц в почву может происходить при помощи воздуха и воды, поэтому следует учитывать меры безопасности из пунктов по защите литосферы и гидросферы.

4.3 Организационные мероприятия обеспечения безопасности

Лаборатория должна соответствовать санитарным правилам и гигиеническим нормативам, требованиям пожарной и радиационной безопасности.

При организации работ по обеспечению безопасности в медицинских лабораториях следует руководствоваться ГОСТ Р 52905-2007 "Лаборатории. Требования безопасности", утв. приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2007 N 531-ст. Указанный стандарт устанавливает требования по формированию и поддержанию безопасной рабочей среды в научных лабораториях.

К выполнению работ в лаборатории должны допускаться лица:

- с соответствующей профессиональной подготовкой и квалификацией согласно действующим нормативно-правовым актам;
- прошедшие в установленном порядке обучение, инструктаж, проверку знаний по вопросам охраны труда;

Работники лабораторий могут подвергаться воздействию опасных и вредных производственных факторов, основными из которых являются:

- физические факторы: аэрозоли, шум, микроклимат, освещенность, опасность поражения электрическим током, опасность травмирования осколками разрушенной пресс-форм, используемой в процессе работы;

- психофизиологические факторы, включая повышенное напряжение органов зрения;

- пожаро- и взрывоопасные факторы.

Уровни концентрации и другие параметры опасных и вредных производственных факторов, и трудового процесса, возникающие при работе в лабораториях, не должны превышать допустимых значений, предусмотренных в действующих санитарно-гигиенических нормах и иных нормативно-правовых актах. Обеспечение пожаро- и взрывобезопасности осуществляется в соответствии с действующими нормативно-правовыми актами в области пожарной безопасности. Электробезопасность обеспечивается в соответствии с действующими нормативно-правовыми актами в этой области.

В лаборатории должны быть разработаны и утверждены подробные инструкции по охране труда для персонала по отдельным участкам работ лаборатории, учитывая специфику участков. Утвержденные инструкции должны быть вывешены на видном месте каждого участка работы.

Персонал лаборатории должен быть обеспечен рабочей одеждой и средствами индивидуальной защиты в соответствии с действующими нормативно-правовыми актами. В случае выявления в процессе работы недостатков в эксплуатации или неисправности аппаратов, приборов и оборудования работники должны известить об этом заведующего лабораторией. Ответственность за охрану труда в лаборатории возлагается на ее заведующего (руководителя).

4.3.1 Одежда и средства индивидуальной защиты

В лаборатории должно быть достаточное количество чистой защитной одежды (например, курток и халатов), соответственно уровню риска, для обеспечения персонала и посетителей лаборатории.

Неиспользуемая защитная одежда должна быть размещена в предназначенном для этого месте, находящемся вдали от радиаторов, труб парового отопления, нагревателей и открытого пламени. Загрязненная защитная одежда должна быть помещена в специально маркированные непроницаемые мешки для транспортировки и должна быть тщательно обеззаражена после химического и биологического загрязнения.

Защитную одежду следует менять через соответствующие интервалы времени с целью обеспечить ее чистоту. В случае загрязнения опасными материалами защитную одежду следует менять немедленно.

Защитную одежду следует снимать, покидая лабораторную зону.

Надежные защитные очки, экраны для защиты лица и другие средства защиты глаз и лица должны быть применены при шлифовки материалов.

При всех лабораторных операциях для обеспечения защиты от загрязнения продуктов, предметов с острыми краями и абразивов должны быть предоставлены перчатки.

Перчатки должны удовлетворять требованиям комфортности, соответствия размерам руки, гибкости, способности захватывать, устойчивости против стирания, прокалывания и разрезания при проводимых манипуляциях и должны полноценно защищать от присутствующих опасностей. Лаборатории должны предоставлять перчатки, не посыпанные порошком и/или другими альтернативными материалами, для сотрудников, страдающих аллергией или другими реакциями, например, на натуральный латекс, тальк, крахмал или винил.

Обувь должна быть удобной, с нескользящей подошвой. Открытые сандалии не используют в качестве лабораторной обуви. Рекомендуется

кожаная или синтетическая непромокаемая обувь. Если при работе неизбежно распыливание жидкостей, следует использовать одноразовые непромокаемые бахилы. Для повседневной работы в лаборатории рекомендуются удобные эргономичные туфли без каблуков.

При необходимости применения во время технической деятельности индивидуальных средств защиты органов дыхания (например, масок, индивидуальных респираторов) в описание методик безопасной работы должны быть включены инструкции по их использованию и содержанию в порядке. Респираторы следует применять только в соответствии с инструкциями и умениями, приобретенными в результате обучения.

Сотрудники лаборатории должны мыть руки после работы с порошками или компактами даже если при этом были надеты перчатки.

Заведующий лабораторией должен обеспечить наличие в лаборатории, по меньшей мере, следующих средств оказания первой помощи и проведения экстренных процедур:

- а) аптечки первой помощи;
- б) оборудования для первой помощи.

Так же работники лаборатории должны проводить технологический перерыв каждые 1,5 – 2 час продолжительностью не менее 15 минут. Проветривание помещения проводится после влажной уборки в конце рабочего дня.

В лаборатории должны присутствовать следующие средства пожаротушения:

- порошковый огнетушитель;
- ящик с сухим песком;
- лопата.

Данная зона должна обозначаться красным цветом, согласно ГОСТ Р 12.4.026-2001 [34].

Рабочее место и его компоновка являются одной из важных частей обеспечения безопасности работников в лаборатории. Во избежание аварийной ситуации необходимо тщательно выполнить планировку рабочего места. Доступ к приборам и электрощитам должен быть свободным. Выход из помещения не должен быть заблокирован.

4.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений

В лаборатории, работающими с порошковыми материалами необходимо предусмотреть специальный режим работы, т.к. рабочий процесс подразумевает собой длительное воздействие с частицами порошка растворенными в воздухе. Данное исполнение законодательной базы контролирует федеральная инспекция труда при Министерстве труда и социальной защиты Российской Федерации [35].

В лаборатории должен осуществляться контроль над охраной труда специальной комиссией. Комиссия должна наблюдать за рабочей обстановкой и докладывать о нарушениях заведующему лаборатории.

Также необходимо, чтобы в лаборатории осуществлялся контроль выполнения санитарных правил и санитарно-противоэпидемических мероприятий. Данную обязанность должны осуществлять сотрудники службы производственного контроля.

Государственное управление в условиях чрезвычайных ситуаций осуществляется на базе Единой государственной системы предупреждения и ликвидации чрезвычайных ситуаций. Территориальная подсистема предназначена для предупреждения и ликвидации ЧС на подведомственной территории и включает в себя координационный орган – комиссию по чрезвычайным ситуациям на подведомственной территории обогатительного предприятия. Также эта комиссия решает финансовые, медицинские,

информационные и продовольственные проблемы, связанные с возникновением ЧС.

4.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Помещение лаборатории по степени пожароопасности относится к классу П-2, так как в нем присутствует выделение пыли и волокон во взвешенном состоянии [36].

Возникновение пожара при работе с электронной аппаратурой может быть по причинам как электрического, так и неэлектрического характера.

Причины возникновения пожара неэлектрического характера:

- халатное неосторожное обращение с огнем (курение, оставленные без присмотра нагревательные приборы, использование открытого огня);
- самовоспламенение и самовозгорание веществ.

Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, искрение и электрические дуги, статическое электричество и т. п.

Для устранения причин возникновения пожаров в помещении лаборатории должны проводиться следующие мероприятия:

- а) сотрудники лаборатории должны пройти противопожарный инструктаж;
- б) сотрудники обязаны знать расположение средств пожаротушения и уметь ими пользоваться;
- в) необходимо обеспечить правильный тепловой и электрический режим работы оборудования;
- г) пожарный инвентарь и первичные средства пожаротушения должны содержаться в исправном состоянии и находиться на видном и легко доступном месте.

План эвакуации приведен на рисунке 23.

План эвакуации из лаборатории

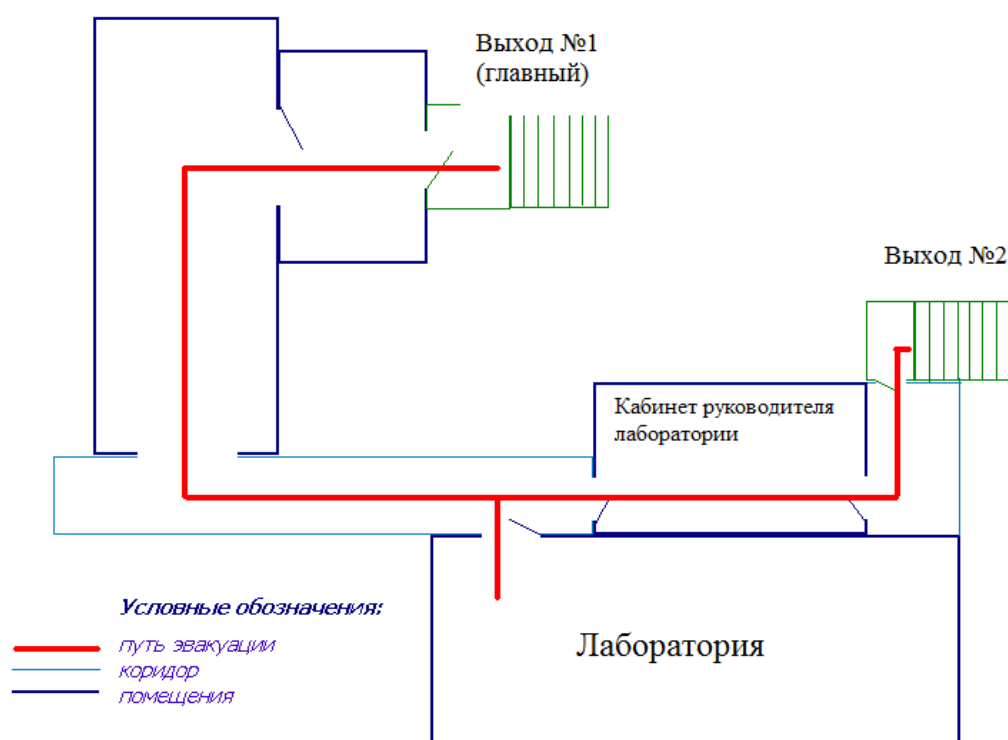


Рисунок 23 – План эвакуации при пожаре

В лаборатории имеются 2 огнетушителя марки ОУ-2 предназначены для тушения загорания различных веществ и материалов, за исключением щелочноземельных элементов, а также электроустановок под напряжением до 1000В. При тушении электроустановок, находящихся под напряжением, не допускается подводить раструб ближе 1 метра до электроустановки и пламени.

Наиболее вероятными источниками ЧС природного характера на территории Томской области являются:

- сильный ветер и ураганы;
- наводнение;
- лесные пожары;
- эрозия почвы;
- обильные осадки (град, сильный туман).

Предупреждение о возможных ЧС, а также ликвидации их последствий их последствий занимается ГУ МЧС РФ по Томской области [37].

Заключение

В данной работе были исследованы структура и свойства спеченной керамики на основе оксида алюминия. Были определены плотность прессовок, плотность спечённых образцов, измерены модуль упругости и микротвердость методом наноиндентирования. Для определения прочности спеченной керамики был применен метод “Scratch Testing” с использованием уникального прибора Nanoindenter G 200. Получены оптические фотографии микрошлифов, подвергнутых термическому травлению в окислительной атмосфере при температуре 1200°C. В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Из образцов керамической системы $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ исследованных составов повышенную плотность после спекания имел образец заэвтектического состава 76,1% $\text{Al}_2\text{O}_3 - 21,8\% \text{ZrO}_2 - 2,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$.

2. Наибольшую плотность имел образец № 4 состава 92,9% $\text{ZrO}_2 - 7,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$. Данный состав соответствует частично-стабилизированному диоксиду циркония.

3. Из исследованных составов керамической системы $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ наиболее высокий уровень физико-механических свойств имела композиция заэвтектического состава 16,6% $\text{Al}_2\text{O}_3 - 76\% \text{ZrO}_2 - 7,4\% \text{Y}_2\text{O}_3$. В данной композиции одновременно реализованы два механизма упрочнения: трансформационное упрочнение за счет $t-m$ – перехода в ZrO_2 (переход тетрагональной модификации в моноклинную) и дисперсное упрочнение высокомолекулярными частицами $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

4. Из образцов керамической системы 92,9% $\text{ZrO}_2 - 7,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$ имеет наибольшую трещиностойкость 92,9% $\text{ZrO}_2 - 7,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$.

Список используемых источников

1. Матренин С.В, Слосман А.И. // Техническая керамика: Учебное пособие – Томск: Изд-во ТПУ, 2004.
2. M. Mamivand, M.A. Zaeem, H.E. Kadiri. Phase field modeling of stress-induced tetragonal-to-monoclinic transformation in zirconia and its effect on transformation toughening // *Acta Mater.* 2014. V. 64. P. 208-219.
3. L. Delaey. Diffusion less Transformations. Wiley, 2013. PP. 12-132.
4. M. Dehestani, E. Adolfsson. Phase stability and mechanical properties of zirconia and zirconia composites // *Appl. Ceram. Technol.* 2013. V. 10, № 1. P. 129-141.
5. O. Ruff, F. Ebert. Beiträge zur keramik hochfeuerfester stoffe. 1. Die formen des zirkondioxyds // *Z. Anorg. Allg. Chem.* 1929. V. 180, № 1. P. 19-41.
6. J. Chevalier, L. Gremillard, A.V. Virkar, D.R. Clarke. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends // *J. Am. Ceram. Soc.* 2009. V. 92, № 9. P. 1901-1920.
7. Калинович Д.Ф., Кузнецова Л.И., Денисенко Э.Т. Диоксид циркония: свойства и применение // *Порошковая металлургия.*-1987.-№1.-с.98-102.
8. Окадзаки К. / Технология керамических диэлектриков: Пер. с японского. М: Энергия, 1976. - 336с
9. Балкевич В. Л. Техническая керамика: Учеб. пособие для втузов. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Стройиздат, 1984. – 256 с
10. Анциферов В.Н., Бобров Г.В. и др. / Под ред. Митина Б.С. Порошковая металлургия и напылённые покрытия. Учеб. пособие для вузов. – М.: Металлургия, 1987. – 792 с
11. Шевченко А.В., Рубан Ф.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // *Огнеупоры и техническая керамика.* – 2000. – № 9. – С. 2 – 8
12. Попильский Р.Я., Пивинский Ю.Е. / Прессование порошковых

керамических масс. М.: Металлургия, 1983. - 176 с.

13. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, З.Г. Бикбаева / Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 212 с.

14. Центральный металлический портал: // Полезные статьи / Порошковая металлургия / Спекание порошковых материалов и их свойства. 2012 - 2014. URL: http://metallichekiy-portal.ru/articles/porochmet/spekanie_porochk_materialov_i_svoistva. (Дата обращения: 24.04.2015).

15. Скороход В.В., Солонин С.М. Физико-металлургические основы спекания порошков / М., 1984. 158 с.

16. Лякишев Н.П., Алымов М.И. Получение и физико-механические свойства объемных нанокристаллических материалов. Российская академия наук (РАН); Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова. М.: Элиз, 2007. 150 с.

17. Савицкий А.П. Жидкофазное спекание систем с взаимодействующими компонентами / под ред. Э.В. Козлова. Новосибирск : Наука, 1991. 184 с.

18. Степанов Ю.Н., Алымов М.И. Расчет скорости усадки на первой стадии спекания компактов из ультрадисперсных порошков // ФХОМ. 2001. №6. с.76-78

19. Степанов Ю.Н., Алымов М.И., Евстратов Е.И. Влияние температуры на скорость усадки компактов из наночастиц // Физика и химия стекла. 2005. Т.31. №3. С.452-455

20. Опыт обобщенной теории спекания. / Под ред. Г.В. Самсонова и М.М. Ристича. – Белград: Международная группа по изучению спекания, 1974. – 285 с.

21. ГОСТ 12.1.007-76. ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

22. ГОСТ 12.1.005-88. ССБТ Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
23. ГОСТ 12.4.011–89 ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
24. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещённому освещению жилых и общественных зданий
25. СНиП 23–05–95. Нормы проектирования. Естественное и искусственное освещение
26. СНиП 41-01-2003. Отопление, вентиляция и кондиционирование
27. СНиП 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
28. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки
29. ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования
30. ГОСТ 10480-88. Автоматы механические для прессования изделий из металлических порошков. Параметры и размеры. Нормы точности
31. ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
32. ГОСТ 12.1.030–81. Защитное заземление, зануление
33. Годымчук А.Ю., Савельев Г.Г., Зыкова А.П. Экология наноматериалов – М. : Бином, 2012. – 272 с.
34. ГОСТ Р 12.4.026-2001. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная назначением и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний
35. Министерство труда и социальной защиты Российской Федерации [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.rosmintrud.ru/> – 2015

36. Федеральный закон от 10.07.2012 N 117-ФЗ
37. Главное Управление МЧС по Томской области [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://70.mchs.gov.ru/>