

Школа новых производственных технологий _____
 Направление подготовки Химическая технология _____
 Отделение школы (НОЦ) Н.М. Кижнера _____

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Влияние процесса термообработки на структуру и свойства керамики из нитрида алюминия

УДК 666.651.2.04:546.17?62

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Дитц Александр Андреевич	К.Т.Н		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Кацук Ирина Вадимовна	К.Т.Н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
ассистент	Черемискина Мария Сергеевна			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Ревва Инна Борисовна	К.Т.Н		

**Запланированные результаты обучения
по основной образовательной программе подготовки бакалавров
18.03.01 Химическая технология**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Профессиональные компетенции</i>		
P1	Применять базовые и специальные, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания в профессиональной деятельности	Требования ФГОС (ПК-1,2,3,19,20), Критерий 5 АИОР (п.1.1), СДИО(п. 1.1, 4.1, 4.3, 4.8)
P2	Применять знания в области современных химических технологий для решения производственных задач	Требования ФГОС (ПК-7,11,17,18, ОК-8), Критерий 5 АИОР (пп.1.1,1.2), СДИО (п. 1.1, 3.2, 4.2, 4.3, 4.5, 4.6)
P3	Ставить и решать задачи производственного анализа, связанные с созданием и переработкой материалов с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии	Требования ФГОС (ПК-1,5,8,9, ОК-2,3), Критерий 5 АИОР (пп.1.2), СДИО (1.2, 2.1, 4.5)
P4	Разрабатывать <i>новые</i> технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование химической технологии, <i>проектировать объекты химической технологии в контексте предприятия, общества и окружающей среды</i>	Требования ФГОС (ПК-11,26,27,28), Критерий 5 АИОР (п.1.3) (ОК-9, ОК-10, ОК-13, ПК-4, 7, 10, 12 -17, 26) СДИО (п.1.3, 4.4, 4.7)
P5	Проводить теоретические и экспериментальные исследования в области современных химических технологий	Требования ФГОС (ПК-4,21,22,23,24,25, ОК-4,6), Критерий 5 АИОР (п.1.4), СДИО (п. 2.2)
P6	Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, обеспечивать его высокую эффективность, <i>выводить на рынок новые материалы</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химико-технологическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.	Требования ФГОС (ПК-6,10,12,13,14,15, ОК-6,13,15), Критерий 5 АИОР (п.1.5) СДИО (п. 4.1, 4.7, 4.8, 3.1, 4.6)
<i>Общекультурные компетенции</i>		
P7	Демонстрировать знания социальных, этических и культурных аспектов профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-5,9,10,11), Критерий 5 АИОР (пп.2.4,2.5), СДИО (п. 2.5)

P8	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-1,2,7,8,12), Критерий 5 АИОР (2.6), СДИО (п. 2.4)
P9	<i>Активно владеть иностранным языком</i> на уровне, позволяющем разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-14), Критерий 5 АИОР (п.2.2), СДИО (п. 3.2, 3.3)
P10	Эффективно работать индивидуально и в коллективе, <i>демонстрировать лидерство в инженерной деятельности и инженерном предпринимательстве</i> , ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.	Требования ФГОС (ОК-3,4) , Критерий 5 АИОР (пп.1.6, 2.3) СДИО (п. 4.7, 4.8, 3.1)

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

Школа новых производственных технологий _____
 Направление подготовки (специальность) Химическая технология _____
 Отделение школы (НОЦ) Н.М. Кижнера _____

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

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

Студенту:

Группа	ФИО
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна

Тема работы:

Влияние процесса термообработки на структуру и свойства керамики из нитрида алюминия	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объект исследования - высокотеплопроводный плотно-спеченный керамический материал на основе нитрида алюминия с применением спекающей добавки в виде оксида иттрия.</p> <p>Используемые материалы: порошки нитрида алюминия приготовленные методами ПА, КВА, ПХ и СВС; спекающие добавки: оксид иттрия.</p>
---	---

<p>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></p>	<p>Анализ литературных источников; постановка задач исследования; изучение методов исследования; анализ результатов экспериментов; финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение; социальная ответственность; заключение по работе.</p>
<p>Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<p>Результаты экспериментов, рентгенофазовый анализ образцов, микрофотографии.</p>

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Кащук Ирина Вадимовна, к.т.н., доцент
Социальная ответственность	Черемискина Мария Сергеевна, ассистент
Экспериментальная часть	Дитц Александр Андреевич, к.т.н., доцент

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

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	11.04.2020
---	------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Дитц Александр Андреевич	к.т.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна

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

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды 30 %

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала инженерных решений (НИ)	Расчет конкурентоспособности SWOT-анализ
2. Формирование плана и графика разработки и внедрения НИ	Определена структура работ; определена трудоемкость; разработан график проведения исследования.
3. Составление бюджета инженерного проекта (НИ)	Расчет бюджетной стоимости НИ
4. Оценка ресурсной, финансовой, социальной, бюджетной эффективности НИ	Расчет оценочного критерия: интегрального финансового показателя; интегрального показателя ресурсоэффективности; интегрального показателя эффективности.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)

1. Оценка конкурентоспособности ИП
2. Матрица SWOT
3. Диаграмма Ганта
4. Бюджет ИП
5. Основные показатели эффективности ИП

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	11.04.2020
---	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Кащук Ирина Вадимовна	к.т.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна

Школа	Инженерная школа новых производственных технологий	Отделение (НОЦ)	НОЦ Кижнера
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	18.03.01 «Химическая технология»

Тема ВКР:

Влияние процесса термообработки на структуру и свойства керамики из нитрида алюминия	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект исследования: высокотеплопроводный керамический материал на основе нитрида алюминия. Область применения: электроника, микроэлектроника, электротехника, радиотехника.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: - специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	– трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 27.12.2018) – ГОСТ 12.2.033-78 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования.
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	Вредные факторы: повышенная запыленность воздуха рабочей зоны; недостаточная освещенность. Опасные факторы: токсическое воздействие на организм человека; электрический ток; движущиеся машины и механизмы; повышенная температура поверхностей оборудования и обрабатываемых материалов
3. Экологическая безопасность:	Изучить влияние объекта исследования на атмосферу, гидросферу, литосферу
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные виды ЧС: возгорание, пожар, взрыв при работе с электрооборудованием.

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	11.04.2020
--	------------

Задание выдал консультант:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г6А	Гришко Нина Евгеньевна		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 92 страницы, 20 рисунков, 27 таблиц, 35 литературный источник.

Ключевые слова: нитрид алюминия, оксид иттрия, теплоемкость, спекание, удельная теплопроводность.

Объектом исследования является высокотеплопроводный плотно-спеченный керамический материал на основе нитрида алюминия с применением спекающей добавки в виде оксида иттрия.

Цель работы – исследование влияния процесса термообработки на структуру и свойства керамики на основе нитрида алюминия.

В процессе исследования проводились: приготовление порошковой смеси и получение гранулята на основе порошка нитрида алюминия, спекание сформованных образцов, определение фазового состава, микроструктуры сформованных образцов, а также свойства спеченных образцов.

В результате исследования: установлено влияние температурного режима на свойства и структуру спеченных образцов

Степень внедрения: лабораторные испытания.

Область применения: электроника и электротехника.

Экономическая эффективность/значимость работы: в результате проведения анализа экономической эффективности выявлено, что данное исследование актуально, в связи с использованием нетоксичного, высокотеплопроводного нитрида алюминия, отличающегося дешевизной получения.

ОБОЗНАЧЕНИЕ И СОКРАЩЕНИЯ

ПА – прямое азотирование;

КВА - карботермическое восстановление-азотирование;

СВС - самораспространяющийся высокотемпературный синтез;

ПХ – плазмохимический;

РФА - рентгенофазовый анализ;

РЭМ – растровая эмиссионная микроскопия;

ЧС – чрезвычайная ситуация.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	13
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	14
1.1 Нитрид алюминия и его свойства.....	14
1.2 Процесс спекания	16
1.3 Влияние температуры, времени, примесей на спекание и свойства	21
1.4 Спекание нитрида алюминия.....	23
2 МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	25
2.1 Цели и задачи.....	25
2.2 Методы исследования	25
2.2.1 РФА - рентгенофазовый анализ	25
2.2.2 РЭМ растровая электронная микроскопия	26
2.2.3 Гидростатическое взвешивание.....	28
2.2.4 Предел прочности на изгиб и на сжатие	29
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	32
3.1 Материалы	32
3.1.1 Порошки нитрида алюминия	32
3.1.2 Порошок оксида иттрия	35
3.1.3 Связка.....	36
3.2 Расчет составов.....	36
3.3 Смешение порошков	38
3.4 Изготовление образцов	39
3.4.1 Приготовление гранулята	39
3.4.2 Прессование образцов	40
3.5 Удаление связки	40
3.6 Спекание	41
3.7 Определение свойств спеченных образцов.....	42
3.7.1 Рентгенофазовый анализ спеченных образцов	42
3.7.2 Микроструктура спеченных образцов	43
3.7.3 Определение линейной усадки спеченных образцов	45
3.7.4 Определение относительной плотности	46

3.7.5	Определение прочности на сжатие спеченных образцов	47
3.7.6	Определение прочности на изгиб спеченных образцов	48
	Заключение по разделу	50
4	ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ	51
4.1	Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	52
4.1.1	Анализ конкурентных технических решений	52
4.1.2	SWOT-анализ	53
4.2	Планирование научно-исследовательских работ	54
4.2.1	Структура работ в рамках научного исследования	54
4.2.2	Определение трудоемкости выполнения работ	56
4.2.3	Разработка графика проведения научного исследования	56
4.2.4	Бюджет научного исследования (НИ)	59
4.2.4.1	Расчет материальных затрат НИ	59
4.2.4.2	Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	60
4.2.4.3	Основная заработная плата исполнителей темы	60
4.2.4.4	Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)	63
4.2.4.5	Накладные расходы	63
4.2.4.6	Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта	64
4.3	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, эффективности исследования	64
	Заключение по разделу	66
5	СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ	68
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	69
5.1.1	Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства	69
5.1.2	Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя	69
5.2	Профессиональная социальная безопасность	71
5.2.1	Анализ вредных и опасных факторов, которые может создать объект исследования	72
5.2.1.1	Повышенная запыленность воздуха рабочей зоны	72

5.2.2 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть на рабочем месте при проведении исследований	72
5.2.2.1 Недостаточная освещенность на рабочем месте	72
5.2.2.2 Повышенная температура поверхностей оборудования и обрабатываемых материалов.....	73
5.2.2.3 Повышенная температура воздуха рабочей зоны.....	73
5.2.2.3 Механические повреждения (движущиеся машины и механизмы; подвижные части производственного оборудования)	74
5.2.2.4 Электрический ток	75
5.2.3 Обоснование мероприятий по защите персонала предприятия от действия опасных и вредных факторов	75
5.3 Экологическая безопасность	76
5.3.1 Анализ возможного влияния объекта исследования на окружающую среду	76
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	77
5.4.2 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть на рабочем месте при проведении исследований.....	77
5.4.3 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС	78
Заключение по разделу	79
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	80
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА	81
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	82
Приложение А	86
Приложение Б.....	88

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время одним из материалов, перспективных и применяемых в электронике и электротехнике в качестве диэлектрических теплоотводящих подложек, является нитрид алюминия (AlN) и керамические материалы на его основе. AlN обладает свойствами, которые превосходят другие материалы. Это низкий коэффициент термического расширения, высокая теплопроводность и совсем не проводит электричество. Главная функция керамики из AlN отводить тепло от нагревательных элементов, около 60% используется в теплорассеивании.

Важной задачей для процесса формирования этих свойств и структуры спекаемого материала, а также для синтеза требуемых фаз, является определение процесса спекания. Поэтому при разработке керамических материалов с заданными свойствами требуется исследование различных режимов спекания.

Свойства исходных порошков, температура спекания, продолжительность спекания - важные технологические факторы, которые оказывают влияние на процесс спекания и свойства спеченных материалов.

Для улучшения процесса спекания к нитриду алюминия добавляют оксид иттрия, для обеспечения плотности, близкой к теоретической, чтобы устранить поры.

Объект исследования — высокотеплопроводный плотно-спеченный керамический материал на основе нитрида алюминия с применением спекающей добавки в виде оксида иттрия.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Нитрид алюминия и его свойства

Нитрид алюминия, формула AlN , является относительно новым материалом в технической керамике. Хотя его открытие произошло более 100 лет назад, оно превратилось в коммерчески жизнеспособный продукт с контролируемыми и воспроизводимыми свойствами только в течение последних 20 лет.

Нитрид алюминия имеет гексагональную кристаллическую структуру и является в основном ковалентно связанным материалом. Структура нитрида алюминия – гексагональная. Это означает, что каждый атом алюминия окружен четырьмя атомами азота, расположенными в вершинах тетраэдра. Нитрид алюминия с гексагональной структурой привлекает внимание благодаря прочности материала. Структура нитрида алюминия представлена на рисунке 1.1.

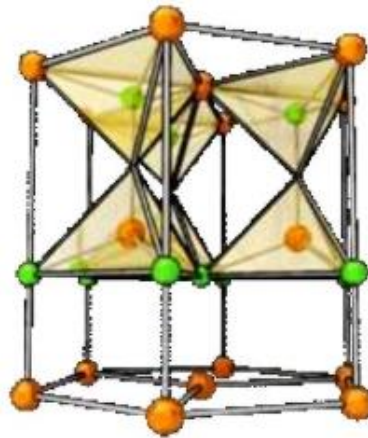


Рисунок 1.1 – Структура нитрида алюминия

Нитрид алюминия в чистом виде имеет слабые механические свойства. Поэтому она нашел прекрасное применение как огнеупор и стоек в различных расплавах.

Цвет порошкообразного нитрида алюминия изменяется от белого до серого, в зависимости от метода его получения и количества примесей, цвет монокристаллов водянисто-белый (прозрачны). Интересно, что нагревание алюминия выше $1750^{\circ}C$ в атмосфере азота с примесью монооксида углерода

приводит к образованию не белого, а голубого нитрида алюминия. В таблице 1.1 представлены некоторые свойства нитрида алюминия.

Таблица 1.1 – Основные свойства нитрида алюминия [1]

Свойства	Значение
Плотность	3,32 г/ см ³
Теплопроводность	100 - 260 Вт/(м·К)
Коэффициент теплового расширения	4,6·10 ⁻⁶ 1/К
Диэлектрическая проницаемость	8,6
Прочность	2,0 кг/мм
Ширина запрещенной зоны	6,3 эВ
Удельная теплоемкость	780 Дж/(кг· К)

Нитрид алюминия обладает целым комплексом ценных свойств, представляющие интерес в различных отраслях науки и техники. Самым замечательным его свойством является его высокая теплопроводность - в керамических материалах, уступающий только оксиду бериллия. Эта высокая проводимость в сочетании с высоким объемным удельным сопротивлением и диэлектрической прочностью приводит к его применению в качестве подложек и упаковки для сборок микроэлектронных компонентов высокой мощности или высокой плотности.

Нитрид алюминия обладает широкой запрещенной зоной, поэтому на его основе производятся твердотельные фоточувствительные элементы ультрафиолетового излучения [2]. Структура на основе AlN отличается расположением спектра чувствительности в «жестком» УФ-диапазоне, стабильностью параметров и возможностью использования устройства при высоких температурах и высоких уровнях излучения. Нитрид алюминия используется не только в электронной промышленности, но его часто применяют для создания композиционных материалов с высоким электрическим сопротивлением, теплопроводностью и механической прочностью.

Нитрид алюминия стабилен при очень высоких температурах в инертных атмосферах. На воздухе окисление поверхности происходит при температуре выше 700 ° С, и даже при комнатной температуре обнаружены поверхностные

оксидные слои 5-10 нм, которые защищают материал до 1370°C, выше этой температуры происходит массовое окисление [3]. Нитрид алюминия стабилен в атмосфере водорода и углекислого газа до 980 ° С.

Нитрид алюминия медленно растворяется в минеральных кислотах в результате разрушения границ зерен. AlN реагирует с растворами щелочей с выделением NH₃ при нагревании. В виде рыхлого порошка он медленно гидролизуется в воде по уравнению:



Кристаллический нитрид алюминия практически не взаимодействует с кипящими сильными кислотами и только медленно разлагается горячими растворами щелочей.

Нитрид алюминия (AlN) - это уникальный керамический материал, который сочетает в себе высокую теплопроводность и высокое удельное электрическое сопротивление. Лишь немногие керамики обладают высокой теплопроводностью: оксид бериллия (BeO) и нитрид бора (с-BN) являются практически единственными другими примерами. Однако использование BeO ограничено из-за его токсичности, и с-BN очень трудно получить. Благодаря его более высокой теплопроводности при повышенной температуре он заменяет BeO в некоторых областях применения. Теплопроводность AlN может подбираться в диапазоне 100-260 Вт · м⁻¹ · К⁻¹) путем изменения соотношения AlN и примесей, особенно кислорода. Присутствие кислорода во время образования субстрата даже в таких небольших количествах, как 0,1%, может привести к значительному снижению теплопроводности.

1.2 Процесс спекания

Спекание порошкообразных материалов - один из наиболее важных технологических процессов, который представляет собой сложный и дорогостоящий процесс термической обработки, необходимый для придания прочности и целостности продукту. Температура спекания находится в диапазоне от 0,7 – 0,9 абсолютной температуры плавления порошковых

материалов в многокомпонентной порошковой системе или при температуре плавления основного металла [4].

В то же время под термином «спекание» понимается технологический процесс создания изделия с определенной структурой и свойствами в процессе диффузии, перекристаллизации, термообработки и других процессов [5]. При спекании происходит образование новых кристаллов и рост одних кристаллов за счет других.

Процесс спекания проходит в несколько этапов: нагревания изделий до определенной температуры, изотермической выдержки при этой температуре и охлаждения до комнатных температур.

Главной движущей силой процесса спекания является избыточная свободная энергия.

Одним из наиболее характерных признаков спекания является уменьшение в размере - «усадка» продукта, которая протекает с устранением дефектов в кристаллической структуре частиц. Наиболее важными молекулярно-кинетическими процессами при спекании являются химические реакции на поверхностях и границах раздела, поверхностная и массовая диффузия, термически активные дислокационные процессы.

Существует два основных типа спекания: жидкофазное, при котором легкоплавкие компоненты смеси порошков расплавляются и твердофазное или спекание без образования жидкой фазы.

Твердофазное спекание представляет собой спекание порошковой фазы без образования расплава. Для протекания твердофазного спекания используют изделий на основе одно или многокомпонентных систем, поведение которых при нагреве во многом зависит от природы и химической чистоты соответствующих компонентов.

Все стадии твердофазного спекания наглядно представлены на рисунке 1.2.

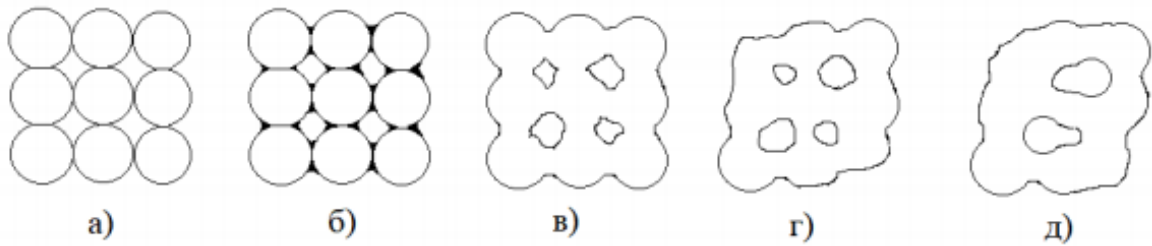


Рисунок 1.2 – Стадии твердофазного спекания: а) первая стадия; б) вторая стадия; в) третья стадия; г) четвертая стадия; д) пятая стадия.

Первая стадия. В результате повышения внутренней энергии тела за счет нагрева в нем ускоряются все процессы массообмена. Массообменом называется перемещение элементарных частиц как в теле, так вне его. В этот момент идет перемещение атомов по вакансиям, и это перемещение будет происходить изнутри к поверхности тела. В результате этого перемещения атомы при соприкосновении двух отдельных частиц будут переходить из одной в другую. Вследствие этого на стыке порошинок будет расти шейка.

Вторая стадия заключается в том, что в результате испарения отдельных атомов с поверхностей частиц и их конденсации образовавшиеся шейки растут. Причем процесс испарения зависит от кривизны поверхности, так как давление пара над вогнутой и выпуклой частью будет разное. Свободная энергия выпуклой поверхности всегда ниже, чем энергия у вогнутой или плоской поверхности. Поэтому от выпуклых областей отрыв частиц облегчается. Чем больше кривизна поверхности, тем больше давление пара над ней. Движущей силой роста шеек является процесс испарения. Рост за его счет идет до тех пор, пока концентрация в порах не достигнет равновесной. Равновесное давление в порах возможно получить, только если поры не сообщаются с атмосферой, т. е. являются закрытыми. Именно за счет роста шеек на второй стадии может произойти закупорка пор, вследствие чего будет достигнуто равновесное давление, и рост шеек за счет испарения завершится.

Этот процесс описывается уравнением Лапласа [6]:

$$P = P_{\text{п}} - \frac{\gamma}{\rho},$$

где $P_{п}$ – давление атомов со стороны поры,
 P – давление атомов со стороны частицы,
 γ – поверхностное натяжение,
 ρ – плотность частицы.

Следовательно, если $\frac{\gamma}{\rho} > P_{п}$, то шейка растет, а если $\frac{\gamma}{\rho} \leq P_{п}$, то шейка перестает расти. Это является причиной того, что остаточная пористость в порошковых деталях всегда имеет место быть.

Третья стадия – стадия уплотнения. Происходит усадка и повышение плотности за счет понижения количества пор и уменьшения их объема.

Особенностью четвертой стадии является сферидизация пор. При длительной выдержке деталей в печи при температуре спекания можно достичь состояния, когда все поры становятся абсолютно сферическими.

Пятая стадия заключается в укрупнении пор. Это происходит из-за того, что крупные поры поглощают мелкие, и их объем увеличивается. Общая пористость при этом не меняется, уплотнения не происходит. Помимо изменения межчастичного пространства идет изменение в самих частицах. В результате спекания происходит рекристаллизация. При этом некоторые зерна исчезают, а другие за их счет растут. Эти процессы являются следствием переноса вещества через межчастичную границу в виде атомов. Это перемещение направлено в сторону частиц с меньшей энергией, т. е. в сторону крупных частиц, поэтому они поглощают частицы меньшие по размеру.

Жидкофазное спекание – спекание порошковой фазы при температуре, которая обеспечивает образованию расплава. Термодинамическое условие для эффективного жидкофазного спекания является желание многокомпонентной системы свести к минимуму свободную поверхностную энергии и химический потенциал, также как и при твердофазном спекании [7].

Однако в отличие от твердофазного при жидкофазном влияние основных капиллярных сил сжатия - более отчетливо проявляется благодаря большей подвижности системы «жидкость-твердое тело». В присутствии жидкой фазы

при определенных условиях развитие сил адгезии между отдельными частицами порошка облегчается, и может быть сформирована слегка пористая ($P < 1\%$) структура. Во время жидкофазного спекания в порошковом теле образуется некая капиллярная система (размеры частиц порошка соизмеримы с поперечными размерами поровых каналов), состоящая из твердой, жидкой и газообразной фаз.

Термодинамическим условием смачивания является уменьшение свободной энергии системы, когда границы раздела твердое тело-газ-жидкость-газ преобразуются в границу раздела твердое тело-жидкость, то есть работа адгезии должно быть положительным. Жидкая фаза, возникающая из-за плохого смачивания, предотвращает спекание, препятствуя уплотнению порошкового тела. На рисунке 1.3 представлена модель жидкофазного спекания.

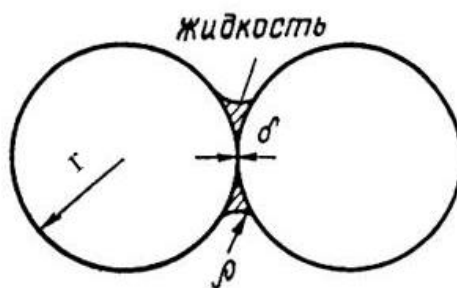


Рисунок 1.3 [8] - Модель жидкофазного спекания при взаимодействии жидкой и твердой фаз: r - радиусы сферы; δ - величина сближения сфер; ρ - радиус кривизны

Стадии жидкофазного спекания. Современные теоретические достижения в области жидкофазного спекания основаны на трех возможных уплотнениях, которые развиваются с появлением жидкой фазы последовательно с частичным перекрытием процессов [9]:

- жидкофазное течение (механическая перегруппировка). По мере того как твёрдое тело плавится, капиллярные силы вытягивают жидкость в поры, а также растворяют в себе более мелкие частицы вещества.
- растворение–осаждение (перекристаллизация или химическая перегруппировка частиц тугоплавкой фазы). В областях, где капиллярное давление достаточно высокое, частицы вещества по существу переходят в

раствор и осаждаются в областях с более низким химическим потенциалом. Это называется контактным сплющиванием, которое при спекании в твердом состоянии сжимается аналогично диффузии через границы зерен.

- окончательное уплотнение. Срастание частиц тугоплавкой фазы, образование жесткого каркаса.

Для образования жидкофазного спекания основная фаза должна быть, по меньшей мере, слегка растворимой в жидкой фазе, а добавка «связующего» должна расплавиться до того, как произойдет какое-либо значительное спекание сетки твердых частиц, иначе перегруппировка зерен не произойдет.

1.3 Влияние температуры, времени, примесей на спекание и свойства

Процесс спекания считается одним из важнейших процессов, протекающих при синтезе всевозможных силикатных и иных тугоплавких материалов. Определения режима спекания является важной задачей для процесса формирования структуры и свойств спекаемого материала, а также для синтеза требуемых фаз. Поэтому при разработке керамических материалов с заданными свойствами требуется исследование различных режимов спекания.

Свойства исходных порошков, температура спекания, продолжительность спекания - важные технологические факторы, которые оказывают влияние на процесс спекания и свойства спеченных материалов [10].

Свойства исходных порошков. Свойства исходных порошков во многом определяют их поведение при спекании. Было обнаружено, что увеличение дисперсии порошка ускоряет процесс спекания. Чем больше подводимая поверхностная энергия, тем больше общая площадь поверхности частиц и, следовательно, их дисперсия и шероховатость, а также плотность и сопротивление частиц ускоряют процесс спекания. При одной и той же плотности механические и электрические свойства изделий после спекания тем выше, чем дисперснее исходный порошок.

Шероховатость поверхности зерна и несовершенство кристаллической структуры способствуют улучшению диффузионной подвижности атомов, и возможно получить более прочный и долговечный продукт.

При использовании сырья в активном состоянии, то есть с деформированной кристаллической решеткой, скорость спекания увеличивается в 10 раз. Влияние этого фактора объясняется тем, что материалы с деформированными сетками значительно увеличивают коэффициент самодиффузии, что ускоряет процесс массообмена, лежащий в основе механизма спекания. Активность исходных материалов зависит от их способа получения.

Наличие оксидных пленок на поверхности частиц влияют на степень и скорость. Если пленка тонкая (40 – 60 нм), и происходит восстановительное спекание, то процесс спекания интенсифицируется, и прочность повышается. Это связано с тем, что в процессе восстановления оксидная пленка становится пористой и шероховатой, соответственно увеличивается площадь контакта. Если порошок имеет толстую оксидную пленку (1 – 2 мкм), то восстановление затрудняется, и оксидная пленка тормозит процесс спекания, прочность детали падает [10].

Усилению спекания способствуют оксиды, которые в большом количестве содержатся в мелком порошке и восстанавливающийся в процессе спекания.

В общем случае на изменение плотности и свойств прессовок при спекании влияют величина и состояние поверхности частиц, содержание оксидов и несовершенства кристаллического строения.

Температура спекания. Температура спекания $T_{сп} = 0,75 \cdot T_{пл}$, но по необходимости она может быть изменена с помощью специальных мер.

В начальный момент времени наблюдается рост скорости спекания, рост усадки и прочности, при дальнейшем нагреве эти показатели меняются незначительно. Наибольшее значение прочности достигается за короткое время при экзотермической выдержке. Существуют случаи, когда после достижения максимальной прочности длительное воздействие может привести к ее потере.

Причиной этого могут служить рекристаллизация и перестройка структуры внутри образца [11].

Скорость повышения температуры во время спекания очень важна. Из-за быстрого увеличения температуры в крупногабаритных изделиях может наблюдаться локальные различие в величине усадки по причине неравномерности прогрева. Это может привести к искажению формы изделия.

Продолжительность спекания. Выдержка спрессованных изделий при постоянной температуре спекания вызывает сначала резкий, а затем более медленный рост плотности, прочности и других свойств. Максимальная прочность достигается за довольно короткое время и фактически не изменяется при увеличении времени изотермического воздействия. На практике эффекты во время спекания могут варьироваться от десяти минут до часов, в зависимости от температуры спекания, состава и плотности желаемого продукта и размер продукта [12].

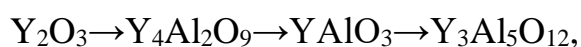
Время выдержки порошкового продукта до оптимальной температуры спекания регулируется в зависимости от состава порошковой смеси, загрузки печи и среды для спекания и варьируется от минут до часов.

1.4 Спекание нитрида алюминия

Традиционные технологии получения керамических материалов на основе нитрида алюминия базируются на методах горячего прессования и спекания в вакууме или защитной атмосфере при температурах более 2000°C [13]. Сам нитрид алюминия не образует жидкой фазы и плохо спекается. Механизм спекания нитрида алюминия – твердофазный. Для интенсификации процесса спекания используют спекающие добавки, выбранные из ряда Y_2O_3 , CaO и MgO, которые вступают в химические реакции с нитридом алюминия и кислородом, имеющимся в составе порошка нитрида алюминия, образуя эвтектические сплавы [14].

Обычно качестве спекающей добавки выбирают порошок оксида иттрия. В процессе спекания в структуре керамики возможно формирование нескольких

соединений, образование которых зависит от соотношения Y_2O_3 к Al_2O_3 . Основные из них три различные фазы алюмината иттрия: $Y_3Al_5O_{12}$, $YAlO_3$ и $Y_4Al_2O_9$. Во время спекания при высокой температуре 1750-1900°C спекающая добавка Y_2O_3 формирует жидкую фазу и помогает в очистке зерен AlN от кислорода во время взаимодействия. Механизм очистки с помощью Y_2O_3 обусловлен реакцией с глиноземом Al_2O_3 , который частично расположен на поверхности частиц AlN и частично растворен в AlN. Кислород при нагреве вступает в реакцию с оксидом иттрия с образованием алюмоиттриевого граната по схеме:



с возрастанием числа атомов кислорода на один атом иттрия. Поэтому образование алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ требует добавочного кислорода, который изымается из кристаллической решетки нитрида алюминия в результате прохождения транспортных реакций. Таким образом, алюмоиттриевый гранат $Y_3Al_5O_{12}$ обеспечивает удаление кислорода из кристаллической решетки частиц нитрида алюминия. Исследование процесса спекания нитрида алюминия и изучение температурных режимов очень важно, так как от этого будут зависеть конечные свойства спеченной керамики.

2 МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Цели и задачи

Целью данной работы является исследование влияния процесса термообработки на структуру и свойства керамики на основе нитрида алюминия.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

1. Исследовать свойства исходных порошков.
2. Приготовить гранулят.
3. Выбрать температурные режимы спекания.
4. Исследовать свойства спеченной керамики.

2.2 Методы исследования

2.2.1 РФА - рентгенофазовый анализ

Главной задачей рентгенофазового анализа является идентификация различных фаз в смеси кристаллических веществ на основе создаваемой ими дифракционной картины.

Один из основных методов фазового анализа, который получил широкое распространение из-за его простоты и универсальности, является метод порошка. Главное достоинство данного метода является более высокая точность значений интенсивности.

Суть метода заключается в том, что получается дифракционная картина при отражении рентгеновских лучей атомными плоскостями в структуре кристаллов, которая затем изучается. Уравнение Вульфа — Брэгга используется для количественной оценки [15]:

$$2d \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda,$$

где d – межплоскостное расстояние, нм; θ – угол падения луча на плоскость, град.; n – порядок дифракции (целое число); λ – длина волны монохроматического излучения, нм.

На рисунке 2.1 изображена схема падения и отражения рентгеновского луча [16].

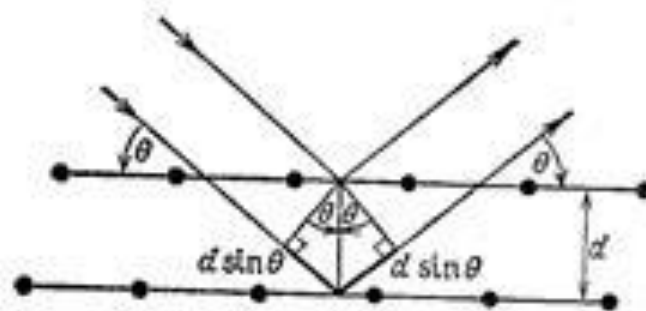


Рисунок 2.1 – Схема падения и отражения рентгеновского луча

Для определения фазового состава исследуемого материала необходимо рассчитать величину межплоскостное расстояние d и относительную интенсивность рефлекса на рентгенограмме, значение длины волны λ установлено и имеет фиксированное значение.

Полученный набор основных рефлексов исследуемого материала сравнивают с табличными значениями рентгеновских характеристик чистых кристаллических фаз, после чего определяется вещественный состав сырьевых материалов или фазовый состав готового керамического материала [17].

Идентификации кристаллических веществ (фаз) порошка проводят на дифрактометре Shimadzu XRD – 7000 (Япония).

Программа «PowderCell 2.3» позволяет рассчитывать, как количественное соотношение фаз (в случае многофазности образца), так и их структурные параметры (размеры кристаллитов, микроискажения, параметры решетки).

2.2.2 РЭМ растровая электронная микроскопия

Растровая электронная микроскопия предназначена для исследования поверхности образцов материалов [18]. С помощью растровой электронной микроскопии можно изучить форму отдельных кристаллов, частиц, зерен, определить размер, а также оценить пористость структуры материала.

На рисунке 2.2 представлена схема регистрации информации об объекте, получаемый в РЭМ.

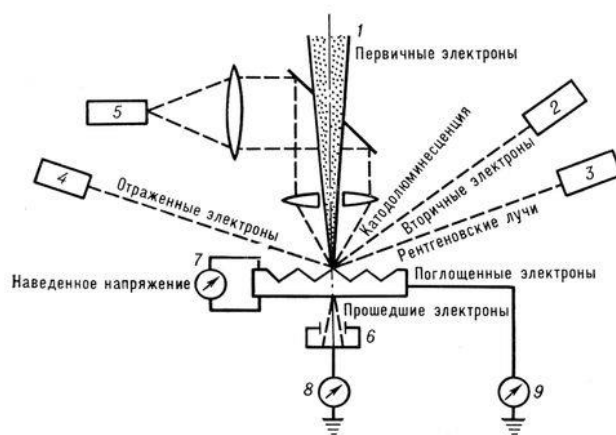


Рисунок 2.2 - Схема регистрации информации об объекте, получаемой в РЭМ: 1 — первичный пучок электронов; 2 — детектор вторичных электронов; 3 — детектор рентгеновского излучения; 4 — детектор отражённых электронов; 5 — детектор светового излучения; 6 — детектор прошедших электронов; 7 — прибор для измерения наведённого на объекте электрического потенциала; 8 — прибор для измерения тока прошедших через объект электронов; 9 — прибор для измерения тока поглощенных в объекте электронов.

Принцип его работы основан на зондировании поверхности изучаемого образца электронным пучком (зондом), при этом возникает несколько видов излучения: вторичные и отраженные электроны, прошедшие электроны, рентгеновское тормозное излучение, световое излучение. Электронные линзы фокусируют электронный пучок в пятно очень малых размеров. Это пятно непрерывно обегает некоторый участок образца. При бомбардировке объекта электронами пучка появляется электрический сигнал, который улавливается специальным детектором и усиливается, и используется для формирования изображения на экране компьютера и его фотографируют. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны. Разрешающая способность РЭМ зависит от электронной яркости пушки и составляет 5-10 нм (до 2-3 нм) [19].

Для исследования морфологии и дисперсности порошка, а также морфологии зернёной структуры на изломах керамики, был использован сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) JEOL JSM-7500FA (Япония).

Электронная пушка и электрооптическая колонна являются основой сканирующего электронного микроскопа, функции которых состоят в формировании острорасфокусированного электронного зонда средних энергий

(200 эВ – 50 кэВ) на поверхности образца [18]. Электронная пушка состоит из катода, цилиндра Венельта и анода. Обычно в качестве катода используется вольфрамовая V образная проволока, согнутая под углом. Прибор обязательно должен быть оснащен вакуумной системой для создания необходимого разряжения ($\sim 10^{-3}$ Па). Также в РЭМ есть предметный столик, позволяющий перемещать образец минимум в трех направлениях.

2.2.3 Гидростатическое взвешивание

Гидростатическое взвешивание — метод измерения плотности жидкостей и твердых тел, основанный на определении выталкивающей силы, которая действует на исследуемое твердое тело, погруженное в жидкость известной плотности. Гидростатическое взвешивание необходимо для определения кажущейся плотности образца. Кажущаяся плотность – это отношение массы тела ко всему занятому им объему, включая поры; выражается в граммах на кубический сантиметр. Кажущуюся плотность рассчитывают по формуле [20]:

$$\rho = \frac{m \cdot \rho_{\text{ж}}}{m_1 - m_2},$$

где m – масса сухого образца на воздухе, m_1 – масса образца насыщенного жидкостью на воздухе, m_2 – масса образца насыщенного и погруженного в жидкость, $\rho_{\text{ж}}$ – плотность жидкости.

Чаще всего устройство для определения плотности используется с аналитическими весами, однако некоторые лабораторные весы также могут быть ими оснащены. Многие из таких весов, к которым в качестве опции предлагается подобное устройство, самостоятельно рассчитывают плотность образца при помощи встроенного программного обеспечения. Взвешивание под весами с помощью поддонного крюка (стоит удостовериться, что весы оснащаются им стандартно или в качестве опции) необходимо для определения плотности больших образцов или той массы, которую нельзя взвесить с помощью

аналитических весов. В работе были использованы аналитические весы Sartorius ME235S (Германия), изображенные на рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Аналитические весы Sartorius ME235S

Все материалы, полученные по керамической технологии, содержат поры. Их подразделяют на две группы [20]:

- закрытые поры – не сообщающиеся с окружающей средой;
- открытые поры – сообщающиеся с окружающей средой.

Открытую пористость можно рассчитать по формуле:

$$P_0 = \frac{m_1 - m}{m_1 - m_2} \cdot 100,$$

где m – масса сухого образца на воздухе, m_1 – масса образца насыщенного жидкостью на воздухе, m_2 – масса образца насыщенного и погруженного в жидкость.

2.2.4 Предел прочности на изгиб и на сжатие

Прочность керамических материалов характеризуется пределом прочности. Пределом прочности называется напряжение, соответствующее нагрузке, вызывающей разрушение образца материала.

Испытания при изгибе являются наиболее распространенными для керамических изделий. Образец устанавливают на двух опорах пресса. Нагрузку прикладывают в середине пролета и равномерно распределяют по ширине.

Схема расположения образца представлена на рисунке 2.4. Нагрузка на образец должна возрастать непрерывно.

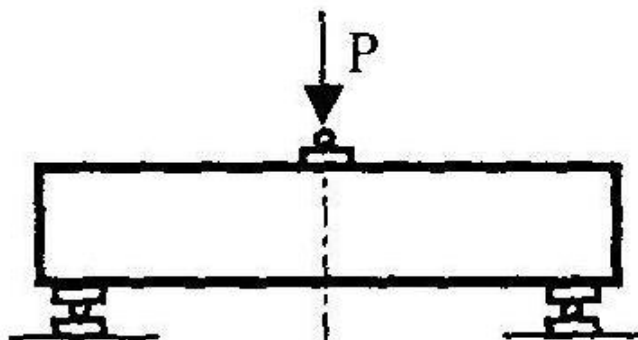


Рисунок 2.4 – Схема испытания образца на изгиб

Предел прочности при изгибе $R_{изг}$, МПа (кгс/см²), образца вычисляют по формуле [21]:

$$R_{изг} = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2},$$

где P - наибольшая нагрузка, установленная при испытании образца, l - расстояние между осями опор, b - ширина образца, h - высота образца посередине.

Прочность при сжатии является также важным механическим свойством. Характеризуется пределом прочности образца при сжатии. Для определения предела прочности при сжатии изготавливаются образцы кубической или цилиндрической формы. Для испытания цилиндрических тел допускается применять цилиндрические образцы длиной, равной их диаметру. На поверхности образцов не допускаются трещины, вмятины, сколы, обнаруживаемые визуально.

Испытуемый образец одной из параллельных поверхностей устанавливают на нижнюю плиту так, чтобы он плотно прилегал к ней гранью, на которую будет передаваться нагрузка. Испытание проводят при непрерывно возрастающей нагрузке до полного разрушения образца [21]. Схема расположения образца представлена на рисунке 2.5.

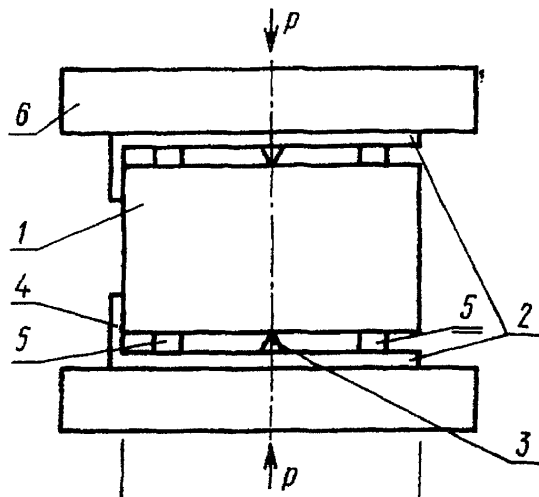


Рисунок 2.5 – Схема испытания образца на сжатии: 1 - образец; 2 - основание; 3 - металлический нож; 4 - упор; 5 - резиновые прокладки; 6 - плита пресса

Предел прочности материала при сжатии $R_{сж}$ в МПа вычисляют по формуле [21]:

$$R_{сж} = \frac{P}{F},$$

где P - нагрузка, при которой образец разрушается, МН; F - площадь поперечного сечения образца, м².

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

В данном разделе ВКР выполняется анализ и расчёт основных параметров для реализации конкурентоспособного продукта, который приносит доход и отвечает современным требованиям ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Продуктом, для запуска на рынок, является керамическая подложка из AlN. Стоит отметить, что продукт должен обладать хорошими теплофизическими свойствами, и что самое главное - иметь способность выдерживать конкуренцию на рынке. В данной части происходит определение возможных альтернатив разработки, которые будут отвечать требованиям финансовой и ресурсной эффективности.

Для того чтобы решить задачи, связанные с финансовой оценкой продукта, его ресурсоэффективностью и ресурсосбережением, в данном разделе ВКР нужно:

- оценить коммерческий потенциал и перспективность проведения научного исследования;
- определить возможность альтернативного проведения научных исследований, отвечающих современным требованиям в области ресурс эффективности и ресурсосбережения;
- спланировать научно-исследовательскую работу;
- определить ресурсную (ресурсосберегающую), финансовую, бюджетную эффективность исследования.

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Необходимо произвести анализ конкурентных разработок, чтобы иметь возможность оценить и составить конкуренцию другим производителям подобной продукции.

В процессе рассматривались три варианта:

Вариант 1 - подложки из AlN;

Вариант 2 - подложки из BeO;

Вариант 3 - подложки из Al₂O₃.

Данный анализ производится с применением оценочной карты, приведенной в таблице 4.1. Экспертная оценка производится по техническим характеристикам и экономическим показателям по 5 бальной шкале, где 1 – наиболее низкая оценка, а 5 – наиболее сильная. Общий вес всех показателей в сумме должен составлять 1.

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Вар. 1	Вар. 2	Вар. 3	Вар. 1	Вар. 2	Вар. 3
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
Термическая стойкость	0,12	4	3	2	0,48	0,36	0,24
Высокая теплопроводность	0,10	5	5	5	0,5	0,5	0,5
Удельное электрическое сопротивление	0,05	3	2	3	0,15	0,1	0,15
Толщина	0,14	2	1	3	0,28	0,14	0,42
Коэффициент теплового расширения	0,10	5	4	3	0,5	0,4	0,3
Механические свойства	0,10	5	4	4	0,5	0,4	0,4
Хорошая изоляция	0,06	4	4	4	0,24	0,24	0,24
Качество поверхности	0,05	5	5	4	0,25	0,25	0,2
Механическая и химическая стойкость, стойкость при высоких температурах	0,06	3	5	5	0,18	0,3	0,3

Продолжение таблицы 4.1

Экономические критерии оценки эффективности							
Цена	0,13	4	3	3	0,52	0,39	0,39
Предполагаемый срок эксплуатации	0,09	2	4	3	0,18	0,36	0,27
Итого	1	42	40	38	3,78	3,44	3,41

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot B_i,$$

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

B_i – балл показателя

В результате анализа существующих подложек, можно сделать вывод о том, что целесообразно изготавливать из AlN.

4.1.2 SWOT-анализ

Успех в достижении стратегических целей научно-исследовательской работы обеспечивается получением синергетических эффектов выгоды от вертикальной интеграции, выгоды от диверсификации, от доступа к новым каналам сбыта продукции и технологиям, увеличение доли на рынке.

SWOT-анализ представлен в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1: Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями; С2: Экологичность материалов; С3: Доступность для отечественных производителей; С4: Ведущие позиции НИ ТПУ в области разработки функциональной и конструкционной керамики; С5: Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии.</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1: Использование импортного сырья; Сл2: Высокие требования к продукту; Сл3: Малый рынок сбыта из-за конкуренции с большими зарубежными фирмами.</p>
--	--	--

Продолжение таблицы 4.2

<p>Возможности: В1: Появление дополнительного спроса на продукт; В2: Освоение новых сегментов рынка керамики; В3: Инновационные достижения в области керамики.</p>	<p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и возможности»: 1. Повышение спроса из-за цены и доступности материалов; 2. Обширная база потребителей; 3. Подбор технологии под различное производство и оборудование.</p>	<p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и возможности»: 1. Расширить область применения за счет экологичности и улучшения качества по сравнению с другими нитридами</p>
<p>Угрозы: У1: Появление новых конкурентов – производителей с более развитыми технологиями и низкими издержками; У2: Производители с более развитыми технологиями; У3: Потеря спроса.</p>	<p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и угрозы»: 1. Сравнительно низкие издержки производства относительно западных аналогов; 2. Переход на отечественное сырье.</p>	<p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и угрозы»: 1. Внедрение технологий на производство с дальнейшим анализом издержек и проблем в процессе; 1. Разработать более качественный продукт.</p>

Для улучшения и устранения слабых сторон необходимо: усовершенствовать свойства продукта и технологию изготовления.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса научно-исследовательских работ осуществляется в порядке:

- определение структуры работ в рамках НИ;
- определение количества исполнителей для каждой из работ;
- установление примерного времени продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для выполнения данного исследования необходимо сформировать рабочую группу, в состав которой входят руководитель и инженер. Для каждой из запланированных работ, необходимо выбрать исполнителя этой работы.

Разработанный список задач и производимых работ, в рамках проектирования, а также распределение исполнителей по этим работам, представлен в виде таблицы 4.3.

Таблица 4.3 - Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка задания	1	Составление и утверждение задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Руководитель, лаборант
	3	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, лаборант
	4	Подбор и изучение материалов по теме	лаборант
Теоретические исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	лаборант
Экспериментальные исследования	6	Подготовка исходных порошков AlN	лаборант
	7	Определение свойств исходных порошков	лаборант
	8	Изготовление керамических подложек	Руководитель, лаборант
	9	Лабораторные испытания керамических подложек	лаборант
	10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиям	Руководитель, лаборант
Обобщение и оценка результатов	11	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, лаборант
Разработка документации НИ	12	Экономические расчеты	Лаборант
	13	Составление пояснительной записки	Лаборант

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

При выполнении выпускной квалификационной работы наиболее удобным и наглядным является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой [22]:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}},$$

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

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле [22]:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}},$$

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

В 2020 году 366 дней, из них выходных и праздничных дней 118. Тогда коэффициент календарности равен [22]:

$$k_{\text{кал}} = \frac{366}{366 - 118} = 1,48.$$

В таблице 4.4 представлены временные показатели проведения научно-исследовательской работы.

Таблица 4.4 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ						Длительность работ в раб. днях T_{pi}		Длительность работ в кал. днях T_{ki}	
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ожі}$, чел-дни		Руководитель	Лаборант	Руководитель	Лаборант
	Руководитель	Лаборант	Руководитель	Лаборант	Руководитель	Лаборант				
Составление и утверждение задания	3	-	6	-	4,2	-	4,2	-	6,2	-
Выбор направления исследований	2	2	4	4	2,8	2,8	1,4	1,4	2	2
Календарное планирование работ по теме	2	2	5	5	3,8	3,8	1,9	1,9	2,8	2,8
Подбор и изучение материалов по теме	-	5	-	10	-	7	-	7	-	10,4
Проведение теоретических расчетов и обоснований	-	5	-	8	-	6,8	-	6,8	-	10
Подготовка исходных порошков AlN	-	3	-	5	-	4,2	-	4,2	-	6,2
Определение свойств исходных порошков	-	5	-	10	-	7	-	7	-	10,4
Изготовление керамических подложек	5	5	15	15	11	11	5,5	5,5	8,2	8,2
Лабораторные испытания керамических подложек	-	5	-	10	-	8	-	8	-	11,8
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиям	3	4	5	6	3,8	5,6	1,9	2,8	2,8	4,1
Оценка эффективности полученных результатов	2	2	4	6	2,8	3,6	1,4	1,8	2	3
Экономические расчеты	-	2	-	5	-	3,2	-	3,2	-	5
Составление пояснительной записки	-	7	-	10	-	8,8	-	8,8	-	13

После расчета и сведения в таблицу временных показателей проектирования, на основе полученной таблицы строится диаграмма Ганта (Рисунок 4.1).



Рисунок 4.1 - Диаграмма Ганта

В результате выполнения подраздела был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера. Общее количество календарных дней для выполнения работы – 101. Общее количество календарных дней, в течение которых работал лаборант – 87. Общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель – 24.

4.2.4 Бюджет научного исследования (НИ)

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения.

4.2.4.1 Расчет материальных затрат НИ

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле [22]:

$$Z_M = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{\text{рас } xi},$$

где m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования; $N_{\text{рас } xi}$ – количество материальных ресурсов i -го вида (шт., кг, м, м² и т.д.); C_i – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м² и т.д.); k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы.

Результаты расчета затрат на сырье в процессе проведения НИР представлены в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Материальные затраты

Наименование	Марка, размер	Кол-во, кг	Цена за единицу, руб/кг	Сумма, руб.
Нитрид алюминия	СВС-И	0,25	5 000	1 250
Нитрид алюминия	plazmo	0,25	15 000	3 750
Нитрид алюминия	StgB	0,25	20 000	5 000
Нитрид алюминия	Tog E	0,25	30 000	7 500
Оксид иттрия	B	0,08	35 000	1 400
Изопропиловый спирт	XТ	2	150	300
Олеиновая кислота	—	0,010	87	1
Всего за материалы				22 951
Транспортно-заготовительные расходы (3-5 %)				918
Итого по статье C_M				23 951

4.2.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании учитываем только рабочие дни по данной теме. Амортизация оборудования рассчитывается по формуле [22]:

$$A = \frac{C_n \cdot H_a \cdot n}{100 \cdot k}$$

где C_n – первоначальная стоимость оборудования; H_a – норма амортизации, %; n – число проработанных месяцев; k – количество месяцев в году.

Число проработанных месяцев n берем из расчета того, что на НИ лаборантом использовалось оборудование в течение 61. В таблице 4.6 представлена Расчет амортизации оборудования.

Таблица 4.6- Расчет амортизации оборудования

Наименование оборудования	C_n , руб	H_a , %	A, руб
Весы аналитические Веста В153	15 000	10	250
Пресс гидравлический	15 000	8	200
Щековая дробилка ШД-10	250 000	10	4 167
Виброплощадка	22 500	12	450
РФА- установка ДРОН-3М	180 000	12	3 600
ДТА- установка STA 449 F3 Jupiter	3 000 000	12	60 000
Пропарочная камера	15 000	12	300
Печь камерная	70 000	12	1 400
Итого:	–	–	70 367

4.2.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату [22]:

$$Z_{\text{зп}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}},$$

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

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя (лаборанта) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле [22]:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{р}},$$

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле [22]:

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

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 24 раб. дня $M = 11,2$ месяца, 5-дневная неделя; при отпуске в 48 раб. дней $M = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя; $F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

В таблице 4.7 приведен баланс рабочего времени каждого работника НТИ.

Таблица 4.7 - Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Лаборант
Календарное число дней	366	366
Количество нерабочих дней: (выходные дни + праздничные дни)	52/14	104/14
Потери рабочего времени		
-отпуск:	48	24
-невыходы по болезни:	5	10
Действительный годовой фонд рабочего времени	247	214

Месячный должностной оклад работника [22]:

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

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; $k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (30% от $Z_{тс}$); k_d – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5; k_p – районный коэффициент, для Томска равный 1,3.

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{тс}$, руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	20 000	0,3	0,2	1,3	39 000	1 642	24	39 408
Лаборант	10 000	0,3	0,2	1,3	19 500	1 020	87	88 740
Всего:								128 148

Рассчитаем дополнительную заработную плату.

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

для руководителя:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,12 \cdot 39\,408 = 4\,729 \text{ руб.}$$

для инженера:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,12 \cdot 88\,740 = 10\,648 \text{ руб.}$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы

Общая заработная исполнителей работы представлена в таблице 4.9.

Таблица 4.9 - Общая заработная плата исполнителей

Исполнители	$Z_{осн}$, руб.	$Z_{доп}$, руб.	$Z_{зп}$, руб.
Руководитель	39 408	4 729	44 137
Лаборант	88 740	10 649	99 119

4.2.4.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

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

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы [22]:

$$З_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}),$$

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

Отчисления во внебюджетные фонды представлены в таблице 4.10.

Таблица 4.10 - Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель проекта	39 408	4 729
Лаборант	88 740	10 649
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,3	
Итого:	43 058	

4.2.4.5 Накладные расходы

Накладными расходами учитываются прочие затраты организации, такие как: печать и ксерокопирование проектных документов, оплата услуг связи.

Накладные расходы в целом:

$$З_{внеб} = 0,16 \cdot (23\,951 + 70\,367 + 143\,256 + 43\,058) = 44\,901 \text{ руб}$$

4.2.4.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

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

Таблица 4.11 - Расчет бюджета затрат НИИ

№	Наименование статьи	Сумма, руб.	
		Руководитель	Лаборант
1.	Материальные затраты НИИ	23 951	
2.	Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	70 367	
3.	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	39 408	88 740
4.	Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	4 729	10 649
5.	Отчисления во внебюджетные фонды	43 058	
6.	Накладные расходы	44 901	
7.	Бюджет затрат НИИ	325 803	

4.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, эффективности исследования

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

В качестве вариантов исполнения были выбраны ближайшие аналоги:

- 1) Керамические подложки из BeO .
- 2) Керамические подложки из Al_2O_3 .

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}$$

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

$$\Phi_{\text{тек.исл.}} = 325\,803 \text{ руб. } \Phi_1 = 390\,000 \text{ руб. } \Phi_2 = 353\,000 \text{ руб.}$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{тек.исл}} = \frac{325803}{390000} = 0,84;$$

$$I_{\text{финр}}^1 = \frac{390000}{390000} = 1;$$

$$I_{\text{финр}}^2 = \frac{353000}{390000} = 0,9.$$

Интегральный показатель ресурсоэффективности рассчитывается как:

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

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки; a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки; b_i – балльная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания.

Таблица 4.15 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент	Текущее исследование	1	2
1. Сложность технологии	0,35	5	2	4
2. Диэлектрические свойства	0,25	5	5	5
3. Теплофизические свойства	0,1	5	5	4
4. Коэффициент теплового расширения	0,15	4	3	3
5. Материалоемкость	0,15	5	5	4
Итого:	1	4,85	3,65	3,75

Подложки должны обладать хорошим теплоотводом, отвод тепла от нагревательных элементов (теплофизические свойства), низким коэффициентом теплового расширения, чтоб при нагревании до высоких температур не

увеличивалось в размерах. Хорошими диэлектрическими свойствами, которые показывают, насколько хорошим изолятором являются подложки. Сложность технологии, не каждая компания способна изготовить подложки.

$$I_{\text{тек.исл}} = 0,35 \cdot 5 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,15 \cdot 5 = 4,85;$$

$$I_1 = 0,35 \cdot 2 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 + 0,15 \cdot 3 + 0,15 \cdot 5 = 3,65;$$

$$I_2 = 0,35 \cdot 4 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 3 + 0,15 \cdot 4 = 3,75;$$

Сравнительная оценка характеристик вариантов объекта представлена в таблице 4.16.

Таблица 4.16 - Сравнительная эффективность разработки

№	Показатели	Текущее исследование	1	2
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,84	1	0,9
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,85	3,65	3,75
3	Интегральный показатель эффективности	5,77	3,65	4,17
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	0,63	0,72

Заключение по разделу

С точки зрения ресурсоэффективности, данное исследование является выгодным и конкурентоспособным по сравнению с существующими технологиями.

При проведении планирования был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и Лаборанта, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей. Были определены: общее количество календарных дней для выполнения работы – 101 дней, общее количество календарных дней, в течение которых работал Лаборант – 87 и общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель – 24.

С целью полной оценки стоимости проведения научного исследования был сформирован его бюджет. Все имевшееся на момент начала проведения исследования химическое сырье было принято, как вновь купленное по текущим

ценам. Для оборудования рассчитана амортизация. Общий бюджет НИ составил 325 803 руб.

По факту оценки эффективности НИ, можно сделать выводы:

- Значение интегрального финансового показателя НИ составляет 0,84, что является показателем того, что НИ является финансово выгодной, по сравнению с аналогами;
- Значение интегрального показателя ресурсоэффективности НИ составляет 4,85, по сравнению с 3,65 и 3,75;
- Значение интегрального показателя эффективности НИ составляет 5,77, по сравнению с 3,65 и 4,17, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в НИ, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА

1. Влияние способа получения порошка нитрида алюминия на его структурнофизические и технологические свойства / Е. С. Нерушкина, Н. Е. Гришко, А. А. Денисова ; науч. рук. А. А. Дитц // Химия и химическая технология в XXI веке : материалы XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л. П. Кулёва, 21-24 мая 2018 г., г. Томск. — Томск : Изд-во ТПУ, 2018. — [С. 107-108].

2. Ditts A. A. , Revva I. B. , Grishko N. E. , Tarnovsky R. V. Influence of dispersion state of initial AlN powder on the hydrolysis process in air environment // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2016 - Vol. 156, Article number 012040 . - p. 1-6

2. Гришко Н. Е. Исследование возможности применения синтетических алмазов для производства высокотеплопроводных материалов / Н. Е. Гришко ; науч. рук. А. А. Дитц // Химия и химическая технология в XXI веке : материалы XVII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва, посвященной 120-летию Томского политехнического университета, г. Томск. — Томск : Изд-во ТПУ, 2016. — [С. 592-594].