

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Электроимпульсное плазменное спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия

УДК 666.3.032.5

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б62	Кун Шуанцюн		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Хасанов О.Л.	д.т.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Кашук И.В.	к.т.н доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ООД ШБИП	Сечин А.И.	д.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.03.01 Материаловедение и технологии материалов	Овечкин Б. Б.	к.т.н доцент		

Планируемые результаты обучения по ООП 22.03.01

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки (специальность) Материаловедение и технологии материалов
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Овечкин Б. Б.
 (Подпись) (Дата)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работе

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б62	Кун Шуанцюн

Тема работы:

Электроимпульсное плазменное спекание светопропускающей керамики на основе оксида алюминия	
Утверждена приказом директора ИШНПТ	Приказ №59-87/с от 28.02.220

Срок сдачи студентом выполненной работы:	25.05.2020
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе <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>	Целью данной работы является изготовление светопропускающей керамики на основе альфы оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания и исследование эксплуатационных свойств полученной керамики. Для перехода в альфа фазу Al_2O_3 проходит отжиг при 1300 °С.
--	---

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<p>Анализ характеристик нанопорошков $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Создание светопропускающей керамики на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при различных температурах методом электроимпульсного плазменного спекания. Расчет относительной плотности полученных керамических образцов. Анализ данных, полученных в процессе спекания установкой SPS-515S. Исследование оптических свойств полученных материалов на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Проведение анализа по социальной ответственности и финансовому менеджменту, ресурсоэффективности и ресурсосбережению.</p>
<p>Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<p>График, рисунок, таблицы применяемых в работе</p>

<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i></p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>Финансовый менеджмент...</p>	<p>Кашук И. В., доцент ОСГН ШБИП</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Сечин А.И. профессор ООД ШБИП</p>

<p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p>
<p>Введение, литературный обзор, методики эксперименты, результаты и обсуждения, финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение, социальная ответственность и заключение должны быть написаны на русском языке.</p>

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	<p>28.05.2020</p>
---	-------------------

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

<p>Должность</p>	<p>ФИО</p>	<p>Ученая степень, звание</p>	<p>Подпись</p>	<p>Дата</p>
<p>профессор</p>	<p>Хасанов О.Л.</p>	<p>д.т.н.</p>		

Задание принял к исполнению студент:

<p>Группа</p>	<p>ФИО</p>	<p>Подпись</p>	<p>Дата</p>
<p>154Б62</p>	<p>Кун Шуанцюн</p>		

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

Школа инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»
 Уровень образования бакалавр
 Отделение школы (НОЦ) материаловедения
 Период выполнения весенний семестр 2020 учебного года

Форма представления работы:

бакалаврская работа

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	27.04.2020
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
25.04.2020	Литературный обзор	20
08.05.2020	Методика эксперимента	20
10.05.2020	Результаты и их обсуждение	20
20.05.2020	Социальная ответственность	20
20.05.2020	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	20

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Хасанов О.Л.	Д.Т.Н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОМ, ИШНПТ	Овечкин Б. Б.	К.Т.Н		

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б62	Кун Шуанцюн

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	22.03.02 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>	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	Отчисления во внебюджетные фонды 30 %

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Анализ конкурентных технических решений (НИ)</i>	Расчет конкурентоспособности SWOT-анализ
2. <i>Формирование плана и графика разработки и внедрения (НИ)</i>	Структура работ. Определение трудоемкости. Разработка графика проведения исследования
3. <i>Составление бюджета инженерного проекта (НИ)</i>	Расчет бюджетной стоимости НИ
4. <i>Оценка ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности (НИ)</i>	Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.

Перечень графического материала

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

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	25.05.2020
--	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Кашук И. В.	к.т.н доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б62	Кун Шуанцюн		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа 154Б62	ФИО Кун Шуанцюн
------------------	--------------------

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	22.03.02 Материаловедение и технологии материалов

Тема ВКР:

Разработка метода темплатного синтеза наноструктур в алюмооксидных матрицах

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект: нанопорошок оксид алюминия Область применения: получение светопропускающей керамики
--	--

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 ГОСТ 12.2.032-78. ССБТ ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	1. Анализ показателей микроклимата. 2. Анализ показателей шума. 3. Анализ освещенности рабочей зоны 4. Анализ электробезопасности
3. Экологическая безопасность:	Анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы). Анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы). Анализ воздействия объекта на литосферу (отходы)
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Авария, взрыв, пожар

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ООД ШБИП	Сечин А.И.	д.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б62	Кун Шуанцюн		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 83 с., 18 рис., 28 табл., 73 источников.

Ключевые слова: Электроимпульсное плазменное спекание, светопропускающая керамика, оксид алюминия Al_2O_3 .

Объектом исследования является: нанопорошок оксида алюминия Al_2O_3 , светопропускающая керамика на основе $\alpha-Al_2O_3$, которая была изготовлена методом электроимпульсного плазменного спекания.

Цель работы – изготовление светопропускающей керамики на основе альфа оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) и исследование оптических свойств полученной керамики.

В настоящей работе представлен аналитический обзор научных публикаций посвящённых получению светопропускающей керамики на основе оксида алюминия. Проведена характеристика исходных порошков оксида алюминия, изучены их морфологические и структурные характеристики. Керамические образцы изготовлены методом электроимпульсного плазменного спекания. В работе использовано следующее оборудование: сканирующий электронный микроскоп JSM-7500FA (JEOL, Япония) с приставкой для энергодисперсионного анализа, лазерный анализатор размеров частиц SALD 7101 (Shimadzu, Япония), БЭТ-анализатор Sorbi-M (МЕТА, Россия), рентгеновский дифрактометр XRD-7000S (Shimadzu, Япония), спектрофотометра Cary Eclipse. Обработка результатов экспериментов выполнена с использованием специального программного обеспечения и пакета программ Microsoft Office. Текст пояснительной записки набран при помощи текстового редактора Microsoft Word.

Выпускная квалификационная работа выполнена на базе НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национально исследовательского Томского политехнического университета.

Содержание

Введение.....	11
1. Обзор литературы.....	12
1.1 Физико-химические свойства оксида алюминия.....	12
1.2 Светопроницающая керамика и области её применения	13
1.3. Современные методы получения прозрачных керамик на основе оксида алюминия	15
2. Материалы, оборудование и методики экспериментов	22
2.1 Материалы исследования	22
2.2 Метод измерения удельной поверхности материала	22
2.3 Метод лазерной дифракции	23
2.4 Метод рентгенофазового анализа.....	24
2.5 Метод ПЭМ.....	26
2.6 Метод электроимпульсного плазменного спекания.....	27
2.7 Спектрофотометрия	29
3. Результаты и обсуждение.....	30
3.1 Характеризация исходного порошкового материала	30
.....	30
3.2 Светопроницающая керамика на основе оксид алюминия	33
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..	38
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	38
4.1.1 Анализ конкурентных технических решений	38
4.1.2 SWOT-анализ.....	40
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	42
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования	42
4.2.2 Разработка графика проведения научного исследования	43
4.2.3 Бюджет научно-технического исследования	45
4.2.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования	46
4.2.3.2 Расчет амортизации специального оборудования	46
4.2.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы	48
4.2.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	49
4.2.3.5 Накладные расходы.....	50
4.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	50
Выводы по разделу.....	53
5 Социальная ответственность	55
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	55
5.1.1 Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства	55
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя	55
5.2 Производственная безопасность.....	56
5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов.....	57

5.2.1.1 Анализ показателей микроклимата	57
5.2.1.2 Анализ показателей шума	58
5.2.1.3 Анализ освещенности рабочей зоны.....	59
5.2.1.4 Анализ электробезопасности	62
5.3 Экологическая безопасность.....	63
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	64
Выводы по разделу.....	65
Заключение	67
Список литературы	68
Приложение	76

Введение

Развитие современной науки и техники требует создания новых материалов конструкционного и функционального назначения, с регулируемыми оптическими и механическими характеристиками. Задавать эти характеристики возможно путём изменения параметров и условий изготовления керамики, термической обработки или путём введения различных добавок [1].

Керамические изделия, изготавливаемые различными методами, обладают высокими эксплуатационными характеристиками: высокой прочностью; твёрдостью; пластичностью; износостойкостью; высокой химической инертностью и термической стойкостью.

В настоящее время актуальным является изготовление прозрачной керамики методами позволяющими минимизировать размер зерна, такими как электроимпульсное плазменное спекание.

Светопроницающая керамика по многим физико-химическим свойствам, таким как термостойкость, температура плавления, механическая прочность, электрическое сопротивление и другим превосходит используемое в настоящее время силикатное неорганическое стекло и постепенно заменяет его. В ряде случаев производство светопроницающей керамики экономически более выгодно, чем производство стекла.

Сохранение исходного фазового состава, структуры и чистоты материала, в процессе компактирования, минимальный размер межкристаллических границ спечённой керамики не может быть, достигнут в полной мере традиционными способами компактирования нанопорошка, несмотря на это процессы компактирования нанопорошка в значительной мере влияют на оптические и механические свойства керамики, а так же на характер распределения пор в её объёме

В связи с этим в работе исследованы различные температурные режимы электроимпульсного плазменного спекания светопроницающей керамики на основе порошка оксида алюминия.

1. Обзор литературы

1.1 Физико-химические свойства оксида алюминия

Оксид алюминия представляет собой бинарное соединение алюминия и кислорода. Al_2O_3 — белый порошок с температурой кипения $3530^\circ C$, температурой плавления $2044^\circ C$. Его плотность составляет $3,95 \text{ г/см}^3$. Твердость близка к твердости алмаза [3]. Оксид алюминия обладает высокой твердостью; хорошей теплопроводностью; отличной коррозионной стойкостью; электроизоляционными свойствами.

Наиболее стабильной кристаллической фазой Al_2O_3 является корунд (α -фаза), относится к тригональной сингонии, дитригонально-скеленоэдрический. Имеет следующую кристаллохимическую структуру: в октаэдрических пустотах между шестью кислородными ионами находятся катионы алюминия. Каждый ион алюминия окружён шестью ионами кислорода, и каждый ион кислорода связан с четырьмя ионами алюминия. Кристаллы имеют призматический или бипирамидальный вид. [4,5].

Чистый оксид алюминия обычно имеет три основные модификации: α , β и γ , существуют определенные различия в структуре и природе вещества. Известно [6,7], что при температуре свыше $1300^\circ C$ оксид алюминия почти полностью превратится в $\alpha - Al_2O_3$ (корунд). При переходе в $\alpha - Al_2O_3$ структура уплотняется [6,7].

Таблица 1.1.1 – Плотность различных модификаций оксида алюминия [3]

Модификация	Плотность, г/см^3
$\alpha-Al_2O_3$	3,99
$\theta-Al_2O_3$	3,61
$\gamma-Al_2O_3$	3,68
$\kappa-Al_2O_3$	3,77

Оксид алюминия обладает высокой твердостью, химической инертностью, а также термостойкостью. Это вещество используется для производства керамики.

В настоящее время Al_2O_3 является одним из наиболее дешевых и доступных материалов для производства керамики [8,9].

1.2 Светопропускающая керамика и области её применения

Светопропускающая керамика— относится к классу функциональной керамики. Прозрачные керамические материалы имеют практически беспористую структуру. В силу этого материалы оказались способными пропускать свет, сохраняя при этом другие свойства, присущие керамическим материалам аналогичного типа, а в ряде случаев и превосходя их. Так, в результате высокой плотности и отсутствия в большинстве прозрачных керамических материалов стекловидной фазы эти материалы не только более устойчивы по сравнению с обычными керамическими материалами к действию агрессивных сред, но и имеют высокий класс чистоты поверхности при их механической обработке. Сочетание светопрозрачности, высокой плотности и возможности получения изделий с высоким классом чистоты поверхности способствовало тому, что области применения прозрачных керамических материалов значительно расширились по сравнению с использованием обычных материалов аналогичного состава [10].

К числу прозрачных керамических материалов, нашедших достаточно широкое применение, следует отнести керамику на основе оксида алюминия. Эту керамику применяют в качестве материала для изготовления излучательных трубок-оболочек натриевых ламп высокого давления. Последние характеризуются повышенной световой отдачей по сравнению с галогенными, ртутными лампами и лампами накаливания и поэтому более экономичны. Менее широкое применение, обусловленное дороговизной исходного сырья, сложностью технологического процесса, требующего специального оборудования, находят материалы на основе оксидов иттрия и магния, двуокиси циркония, алюмомагнезиальной шпинели, окиси бериллия, двуокиси титана и других составов. Появление прозрачных керамических материалов обусловлено потребностями новых областей техники, а также

связано с созданием специальных приборов, работающих в условиях ночного видения, агрессивных сред, высоких температур, повышенных давлений и т.д. Использование стекла для этих целей ограничивало возможности приборов.

Точное определение термина «прозрачная» керамика отсутствует. Японские исследователи этим термином определяют материал, полученный спеканием из неорганических порошков и обладающий такой прозрачностью, когда через неполированную пластинку толщиной в 1мм, лежащую на листе бумаги с текстом, можно читать буквы, что соответствует светопропускаемости более 40 %. Ряд других исследователей предпочтение отдают термину «светопропускающая» керамика. Керамика, пропускающая световые лучи, приобретает все большее значение в светотехнике, оптике, специальном приборостроении, радиоэлектронике, а также в технике высоких температур [11].

Основными факторами, существенно влияющими на прозрачность керамики, являются кристаллическая многофазность (гетерогенность), характер структуры, взаимное расположение кристаллов, их размер, наличие стекловидной и газовой фаз [10].

Области применения прозрачных керамических материалов определяются не только способностью их пропускать свет, но и всем комплексом других рабочих свойств, присущих этим материалам: огнеупорностью, устойчивостью к воздействию агрессивных сред, термомеханическими и электрическими свойствами, наличием или отсутствием пористости и т.д. Однако в большинстве своем определяющим свойством в применении керамики все-таки является ее прозрачность с учетом важнейших для каждого конкретного случая других указанных свойств. Прозрачная керамика используется в светотехнике (изготовление натриевых ламп), в инструментальной оптике (линзы, детекторы, фильтры, лазерах и т. д.).

Основными характеристиками светопропускающей керамики являются: светопропускание, оптическая плотность, коэффициент

преломления, коэффициент отражения, коэффициент рассеяния, коэффициент ослабления, коэффициент пропускания, коэффициент поглощения [10-14].

1.3. Современные методы получения прозрачных керамик на основе оксида алюминия

Для изготовления прозрачной керамики применяют различные методы консолидации, такие как горячее прессование, спекание в атмосфере, микроволновое спекание и электроимпульсное плазменное спекание (ЭИПС, с англ. Spark plasma sintering). Количество работ посвященных изучению процессов синтеза и консолидации материалов на основе оксида алюминия увеличивается с каждым годом

В работе [18] исследовано влияние условий механической активации нанопорошков оксида алюминия на свойства керамики, изготовленной из этих порошков. Обнаружено, что свойства порошковых материалов зависят не только от условий активации, но и от метода синтеза. Основные характеристики порошков оксида алюминия представлены в таблице 1.3.1 [18].

Таблица 1.3.1 – Основные характеристики порошков оксида алюминия

Характеристики	Газодинамический метод	Метод сжигания аэрозвеси
Форма частиц	Осколочная	Сферическая
Плотность утряски, г/см ³	0,32	0,81
Насыпная плотность, г/см ³	0,28	0,97
Размеры частиц, мкм	0,3—0,5*	0,03—0,3**
Удельная поверхность, м ² /г	76,0	16,6

* По данным электронной микроскопии, в порошке присутствуют и более мелкие фракции.

** Свыше 70 % (мас.) частиц порошка 100 нм.

По-видимому, механическая активация улучшает реологические свойства порошков, что приводит к увеличению плотности порошкового компакта после спекания [18,19].

В работе [20], показано, что керамика с неоднородной структурой и большим размером зёрен имеет низкие значения твердости, трещиностойкости и износостойкости. Повышение этих характеристик возможно путём использования мелкодисперсных порошков для изготовления керамики [21].

Алюмооксидная керамика, как и любой другой оксидный керамический материал, относительно хрупкая, по сравнению с металлическими материалами. Одним из способов уменьшения хрупкости и повышения твердости керамик является использование нанопорошков [22]. Это позволяет не только повысить механические характеристики керамических изделий, но и понизить температуру спекания материала. Другой способ – использование спекающих добавок [23-28].

В работе [21] прозрачная керамика на основе оксида алюминия была получена методом электроимпульсного плазменного спекания. Для предотвращения роста зёрен высокотемпературную консолидацию проводили при высоких скоростях нагрева. Полученные образцы отжигали на воздухе для того, чтобы устранить потемнение керамики, образовавшееся в процессе ЭИПС.

В работе [28], прозрачную керамику на основе оксида алюминия была изготовлена методом электроимпульсного плазменного спекания при температуре 1300°C и изотермической выдержке 5 минут. Светопропускание полученных образцов достигало 85% в видимой области спектра. Авторами было установлено, что значительное влияние на оптические свойства оказывают температура спекания, скорость нагрева и продолжительность изотермической выдержки.

Следует отметить, что метод электроимпульсного плазменного спекания, особенно в условиях высокого давления, эффективно применяется для изготовления высокопрозрачной керамики. В настоящее время с помощью устройства высокого давления получают полностью плотные наноструктуры $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в нано-диапазоне [29].

Различными исследователями [32,33,34] проводилось изучение влияния режимов электроимпульсного пламенного спекания на свойства прозрачной керамики на основе оксида алюминия и особенностей процесса консолидации. В данных работах рассматривается влияние предварительной термической обработки порошка оксида алюминия, влияние спекающих добавок на оптические свойства керамических образцов. Авторы отмечают целесообразность использования нанопорошков диоксида циркония в качестве спекающей добавки.

Известно [33], что микроструктура влияет на их оптические свойства керамических материалов. Спекающая добавка, помимо понижения температуры спекания может ограничивать рост зёрен керамики в процессе консолидации, что окажет позитивное влияние на оптические свойства керамики

В работе [34] в качестве спекающей добавки использовали фторид алюминия (AlF_3). Спекания прозрачных образцов проводили методом ЭИПС. Отмечается позитивное влияние добавки на оптические свойства керамики. Низкая концентрация (0,05 мас. %, 0,1 мас. %) AlF_3 приводит к увеличению плотности и уменьшению размера зерна. Высокая концентрация (0,5 мас. %) AlF_3 снижает плотность керамики и интенсифицирует рост зёрен.

В исследовании [35] показано, что добавки Mg, Y и La оказывают различное влияние на оптические свойства прозрачной керамики на основе оксида алюминия, изготовленной методом электроимпульсного плазменного спекания. В целом эти добавки увеличивают оптические свойства керамики и позволяют минимизировать рост зёрен в процессе спекания.

В работе [36] для повышения светопропускания и микротвердости авторы предлагают совместное использование методов горячего прессования и электроимпульсного пламенного спекания (ЭИПС). При применении данных образцы, изготовленные предложенным способом имеют плотность 99,9% от теоретической.

Авторы работ [37, 38] считают, что эффективная температура электроимпульсного плазменного спекания прозрачного поликристаллического оксида алюминия – 1250 °С, поскольку она обеспечивает максимальное уплотнения материала без дальнейшей рекристаллизации. Спекание при температуре 1300°С приводит к быстрому росту зёрен и понижению оптических свойств. Спекание при температурах 1350-1550 °С существенно повышает пористость керамики и делает невозможным получение светопропускающего материала.

В работе [39, 40] исследовано влияние скорости нагрева и времени выдержки на размеры зёрен светопропускающей керамики на основе оксида алюминия, изготовленной методом ЭИПС. Установлено, что при температурах ЭИПС выше 1150 °С влияние скорости нагрева на размеры зёрен незначительно, в большей степени на размерах зёрен сказывается время изотермической выдержки.

В таблице 1.3.2 представлены режимы электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия, используемые различными научными коллективами.

Таблица 1.3.2 – Режимы электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия

Ссылка	t, °С	P, МПа	V, °С/мин.	Время выдержки, мин	Общее время	T, %	Hv, ГПа	K _к , %	средний размер зерен
1.[37]	1300	70	100	-	-	84-85	14,9- 15,1	-	30-50 нм
2. [41]	1150	100	5 2	10 20	-	65 70	-	-	420-520 нм
3. [36]	1200	500	100 до 700	20.	-	80	22	-	320 нм
4. [42]	1130 1230	80	10 (800- 1100) 1 >1100	-	-	53,1 (1130) 30,5 (1230)	-	99,9%	0,44±0,09 мкм 1,85±0,44 мкм
5. [29]	950 1000	200 400 500	80 (до 800) 10 (800- 1000)	15-20	-	54,2 (200) 63,5 (400) 65.4 (500)	-	-	107 мкм 150-250 нм
6. [32]	1400	100	100		-	52%	-		0,65±0,10 мкм
7.[34]	1350	73	100	30	-	45%	-	99.26%	1,32 ±0,08 мкм
8.[33]	1280 1300	80	10(800-1100) 1(>1100)	-		45±1(1280) 48±1(1300) 53,1-71 (Zr ⁻ , La ⁻)	-	-	0,59±0,13 мкм
9. [35]	1350 1400	50 100	94 100	3	-	>50%	-	-	0,73-1,72 мкм

10.[38]	1100- 1500	80	2 (1100- 1500)	20	2ч.	-	-	-	0,29-9,8 мкм
11.[43]	1150- 1250	150	400	1-6	3ч.	19,7-25,4%	-	-	265нм 306нм

При изготовлении прозрачной керамики требуется строгое соблюдение требования к чистоте сырья. Примеси, содержащиеся в сырье, приводят к образованию вторичных фаз увеличивающих поглощение.

Оптическая керамика отличается от стекла своими эксплуатационными характеристиками, такими как высокая термическая стойкость, коррозионная стойкость, а также высокая прочность и твердость. Многие оксидные поликристаллические материалы также могут быть использованы для изготовления прозрачной керамики, перспективным среди которых является оксид алюминия. С экономической точки зрения изготовления поликристаллических материалов является более выгодным, чем производство монокристаллов или стекла.

Таким образом, на основании проведенного литературного обзора можно сделать вывод, что параметры ЭИПС: температура спекания, давление прессования, скорость нагрева и время изотермической выдержки обуславливают светопропускание и размеры зёрен керамики. А поиск оптимальных режимов консолидации светопропускающей керамики на основе оксида алюминия необходимо проводить в диапазоне температур спекания 1100°C -1600°C при низких скоростях нагрева и изотермической выдержкой не более 30 минут.

2. Материалы, оборудование и методики экспериментов

2.1 Материалы исследования

Для изготовления светопропускающей керамики был использован нанопорошок Al_2O_3 (НаноКорунд, Россия). Для перевода порошка в α -фазу проводился атмосферный отжиг при температуре 1300 °С.

Электроимпульсное плазменное спекание керамических образцов проводили на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония) при температурах 1200 - 1600 °С и постоянном давлении подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме - 100 МПа. Скорость нагрева составляла 10 °С/мин. Продолжительность изотермической выдержки на заданной температуре спекания - 15 минут.

В результате ЭИПС были получены керамические образцы цилиндрической формой. Механическая шлифовка и полировка поверхностей образцов проводились с помощью шлифовально-полировальной установки Ecomet-300 (Buehler, Германия). После механической обработки поверхности высота спеченных образцов в центре составляла 1,92-2,18 мм, диаметр - 14 мм. Плотность образцов была определена путем измерения массы и линейных размеров образцов.

Исследование оптических свойств керамики проводилось после механической обработки торцевых поверхностей образцов.

2.2 Метод измерения удельной поверхности материала

Удельная поверхность одна из самых важных характеристик дисперсных материалов. Это сумма общей площади внешней поверхности всех частиц в каждом грамме материала. Чем мельче частицы материала, тем больше удельная поверхность. Стоит отметить, что мелкие частицы часто проявляют значительную физическую и химическую активность, например: окисление, растворение, испарение, адсорбция, катализ и физиологические эффекты, которые могут быть ускорены из-за большой удельной поверхности [44].

Наиболее распространенным методом для определения удельной площади поверхности по адсорбции газа является метод Брунауэра-Эммета-

Теллера или сокращено БЭТ (с англ. BET method). Теория данного метода основана на многомолекулярной (многослойной) адсорбционной модели, то есть на образовании нескольких слоев адсорбата на поверхности адсорбента. Метод БЭТ - относительно распространенный метод определения удельной поверхности пористых материалов по адсорбция азота во всем мире. В исследовании удельной поверхности результаты, обнаруженные методом БЭТ, являются достоверными и надежными.

Для определения удельной поверхности материала применяется уравнение БЭТ, выражающие в линейной форме [45]:

$$\frac{p}{V(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)}{V_m C} \cdot \frac{p}{p_0}. \quad (2.2.1)$$

Где V – объем газа, адсорбированного при давлении p ;

V_m – объем адсорбированного газа в монослое;

p_0 – давление насыщенных паров адсорбата при температуре опыта;

C – константа, зависящая от теплоты адсорбции.

В настоящей работе для этих целей была использована установка СОРБИ-М (МЕТА, Россия).



Рисунок 2.2.1 – БЭТ-анализатор СОРБИ-М (МЕТА, Россия)

2.3 Метод лазерной дифракции

Метод лазерной дифракции позволяет получить распределение частиц по размерам, Крупные частицы рассеивают лазерный свет под небольшим углом, в то время как мелкие частицы рассеивают свет под большим углом, как показано на следующем рисунке. После этого анализируются данные об интенсивности

рассеянного света под углом, и размер частиц, образующих картину рассеяния. Этот метод широко используется для сыпучих материалов, благодаря высокой скорости измерения и высокой точности результатов измерений.

Лазерный анализатор – это прибор позволяет распределить размер частиц на основе физического явления. Т.к. частицы могут вызывать рассеивание лазерного света. Когда луч света встречает блокировку частиц, часть света происходит рассеивание. Направление рассеянного света будет образовывать угол θ с направлением основным направлением. В результате доказывают, что размер угла рассеяния θ связан с размером частиц: чем больше размер частиц, тем меньше угол θ образуемого рассеянного света [46]. В исследовании использовался лазерный анализатор размеров частиц SALD- 7101 (Shimadzu, Япония).



Рис.2 3.1 – Лазерный анализатор размеров частиц (SALD- 7101, Shimadzu, Япония)

2.4 Метод рентгенофазового анализа

Метод рентгенофазового анализа (РФА) кристаллических веществ является методом физико-химического анализа природных и технических многофазных систем [47].

Метод РФА основан на явлении дифракции рентгеновских лучей на решетке. Если объект представляет собой порошок или мелкозернистый материал с кристаллами различной ориентации, то при взаимодействии с ним монохроматического рентгеновского излучения всегда определяет количество кристаллов, которые попадали в положение «отражения» для каждого типа плоскости. В этом случае максимум дифракции для этого типа плоскости будет

наблюдаться под углом. Рентгеновское дифракционное изображение кристалла является по существу деликатным и сложным преобразованием микроструктуры кристалла. Каждая кристаллическая структура соответствует его рентгенограмме, и ее характерная рентгенограмма не будет смешанной из-за ее разновидностей. Изменения происходят вместе, что является основой метода рентгенофазового анализа [48].

Современное рентгеновское оборудование - рентгеновский дифрактометр - используется для качественного и количественного фазового анализа. Рентгеновский дифрактометр является прибором, позволяющим одновременно регистрировать интенсивность и направление (угол рассеяния) дифрагированных рентгеновских лучей на кристаллической решётке исследуемого образца. В результате получена дифрактограмма образца. Анализ положения пиков и их интенсивностей на дифрактограмме позволяет определить параметры решетки и несовершенств кристаллического строения. Углы пиков и профили могут быть позволять измерить диаметр частиц и степень кристалличности [49].

Анализ фазового состава керамических порошков выполнялся на рентгеновском дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu, Япония). Изображение рентгеновского дифрактометра обозначено на рисунке 2.4.1.



Рис. 2.4.1 – Рентгеновский дифрактометр XRD-7000 (Shimadzu, Япония)

2.5 Метод ПЭМ

Просвечивающая электронная микроскопия предназначена для проецирования пучка ускоренных и концентрированных электронов на очень тонкий образец. Электроны сталкиваются с атомами в образце, чтобы изменить направление, что приводит к рассеянию на угол. Размер угла рассеяния зависит от плотности и толщины образца, поэтому он может формировать различное светлое и темное изображение. Изображение будет отображаться на устройстве обработки изображений (таком как флуоресцентный экран, пленка и светочувствительный компонент связи) после увеличения и фокусировки. Схема просвечивающего электронного микроскопа приведена на рис.4 [50].

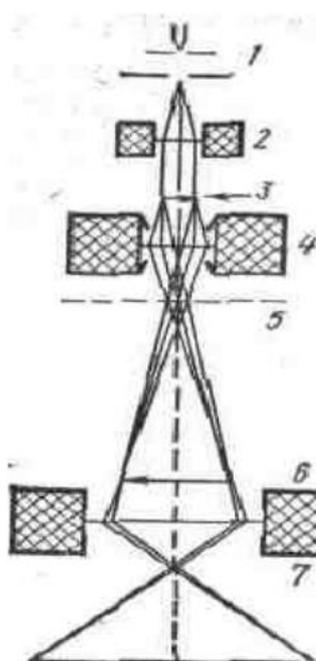


Рис. 2.5.1 – Принципиальная схема просвечивающего электронного микроскопа:

1 – источник излучения; 2 – конденсор; 3 – объект; 4 – объектив; 5 – первичное промежуточное изображение; 6 – вторичное промежуточное изображение; 7 – проекционная линза

Как известно, ПЭМ имеет большое увеличение, которое может достигать 100000 крат, и поэтому широко используется в материаловедении. Внутренняя структура материала может быть изучена с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Просвечивающая электронная микроскопия проецирует ускоренный и сфокусированный электронный пучок на очень тонкий образец, и электроны сталкиваются с атомами в образце, чтобы

изменить направление угла, что приводит к рассеянию на угол. Метод визуализации аналогичен оптическому микроскопу, за исключением того, что электроны используются для замены фотонов, а электромагнитные линзы используются для замены стеклянных линз. Увеличенное электронное изображение отображается на флуоресцентном экране. Так как электроны легко рассеиваются или поглощаются объектами, сила проникновения мала, а плотность и толщина образца будут влиять на конечное качество изображения. Тонкие ультратонкие срезы должны быть подготовлены, обычно 50 ~ 100 нм [51].

Исследование размеров частиц Al_2O_3 проводилось на просвечивающем электронном микроскопе JEOL (JSM-7500FA, Япония).



Рисунок 2.5.2 – Сканирующий электронный микроскоп JSM-7500FA

2.6 Метод электроимпульсного плазменного спекания

Метод электроимпульсного плазменного спекания – новая технология для получения керамики. Принцип спекания импульсным током был предложен в 1930 году, но только в 1965 году технология спекания импульсного была впервые использована в Японии и других странах.

Процесс ЭИПС заключается в том, чтобы поместить металл и другой порошок в форму, изготовленную из графита и других материалов, с использованием электродов для перфорации и подачи верхней и нижней матрицы, чтобы придать удельную мощность спекания и давление прессования

спеченному порошку. Активация разряда, термопластическая деформация и охлаждение дополняют новую технологию спекания порошковой металлургии для производства высококачественных материалов. Особенностью технологии ЭИПС является то, что импульсный ток прямо передается между частицами порошка для нагревания, чтобы плотно спекать порошковые материалы [52].

В последние годы многие университеты и научно-исследовательские институты в мире были оснащены системами спекания и используют ЭИПС для исследований и разработок новых материалов. ЭИПС как новая технология подготовки материалов привлекает большое внимание в стране и за рубежом.

При использовании метода электроимпульсного плазменного спекания рост зерен ограничен короткой продолжительностью цикла спекания. Технология ЭИПС заключается в применении больших импульсных токов непосредственно в пресс-форме, через тепловые или другие полевые эффекты для достижения спекания наноматериала. Метод ЭИПС может быстро достичь спекания за короткое время путем комплексного контроля местного высокотемпературного поля, разряда шокового давления, и электрического поля диффузии во время начального спекания. Установлено, керамические материалы, изготовленные методом ЭИПС в оптимальном режиме, могут быть обладать высокой плотности (близкой к теоретической) и повышенными механическими свойствами [20,53].

Исследование процессов уплотнения Al_2O_3 керамики в процессе электроимпульсного плазменного спекания было проведено на основе данных регистрируемых установкой в процессе спекания.

Были рассчитаны коэффициенты термического расширения (ТКР) порошковой шихты и термического уплотнения (ТКУ), абсолютную и относительную усадки, а также относительную плотности в ходе ЭИПС-спекания.

Плотность компакта рассчитывалась по уравнению:

$$\rho_i(t) = \frac{4m}{\pi * d^2 * h_i} \quad (2.6.1)$$

Определение относительной усадки:

$$\chi_i(t) = \frac{h_{\max} - h_i}{h_{\max}} \quad (2.6.2)$$

где h_{\max} – высота образца после синтеза

Относительная плотность керамических образцов определяется по уравнению:

$$\rho_{\text{отн}} = \frac{\rho_{\text{коне}}}{\rho_{\text{теор}}} * 100\% \quad (2.6.3)$$

2.7 Спектрофотометрия

Спектрофотометрия представляет собой метод измерения оптических свойств материала на определенной длине волны или в определенном диапазоне длин волн [54].

Для исследования оптических свойств исследуемых керамических образцов на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, изготовленных методом ЭИПС при различных температурах, был использован спектрофотометр СФ-56 БИК (ЛОМО, Россия), представлен на рисунке 2.7.1.

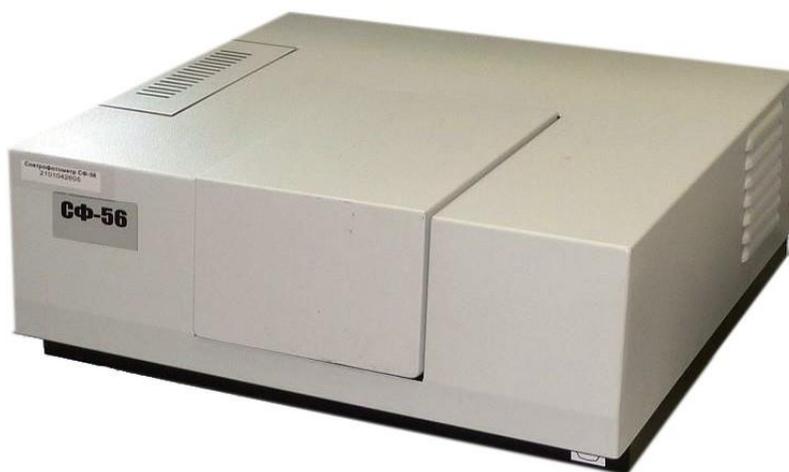


Рис. 2.7.1 – Спектрофотометр СФ- 56

Спектрофотометр СФ-56 выступает в качества однолучевого спектрофотометра, позволяющего измерить коэффициенты пропускания жидких и твердых веществ в спектральном диапазоне 190-1100 нм. СФ-56 может управляться компьютером, что облегчает сохранение результатов и позволяет проводить параллельно анализ данных на ПК.

3. Результаты и обсуждение

3.1 Характеризация исходного порошкового материала

На рисунке 3.1 представлена гистограмма распределения частиц порошка Al_2O_3 построенная по данным метода лазерной дифракции на установке SALD 7101. Частицы имеют размеры от 0,5 нм до 288,12 мкм. Средний размер частиц составляет 42 мкм.

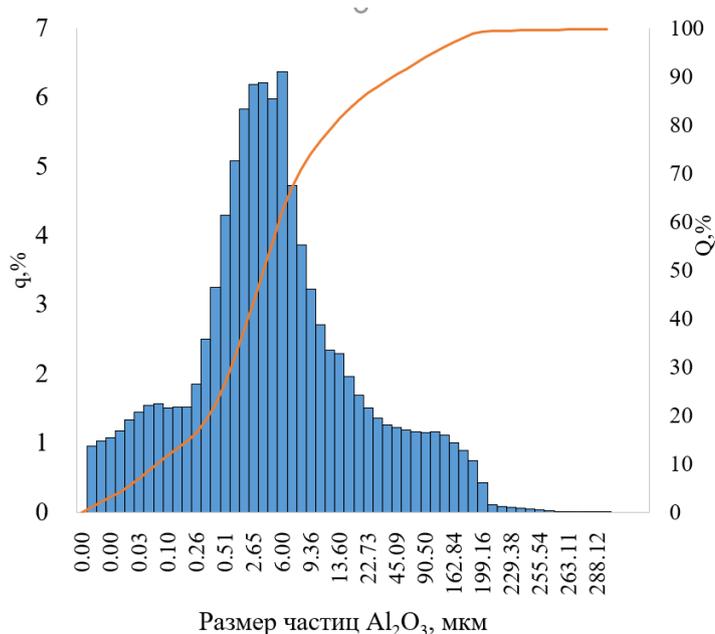


Рис.3.1.1 – Диаграмма распределения Al_2O_3 по размерам метода лазерной дифракции

Анализ ПЭМ-изображений, представленный на рисунке 3.1.1 показал, что порошок состоит из частиц, имеющих форму близкую к сферической. Размер частиц порошка по данным ПЭМ находится в диапазоне от 75,39 нм до 220,93 нм, средний размер 134,49 нм. Однако метод просвечивающей микроскопии является весьма локальным и не позволяет получить достаточный набор представительных статистических данных.

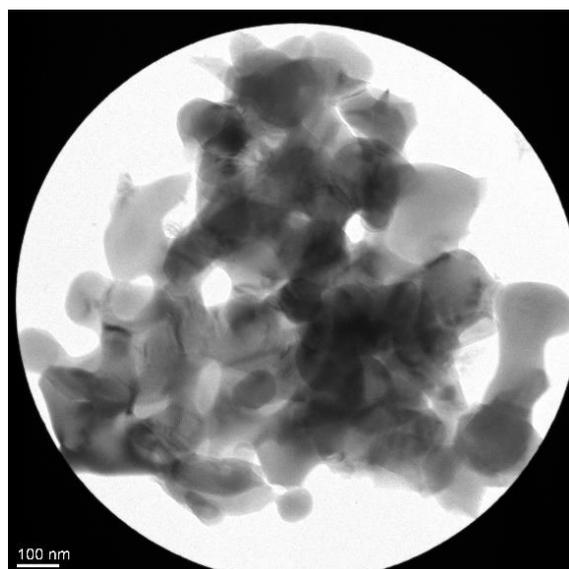


Рис. 3.1.2 – ПЭМ-Изображение Al_2O_3

Площадь удельной поверхности порошка, определенная по методу БЭТ составила $9,62 \pm 0,12 \text{ м}^2/\text{г}$.

Изотерма адсорбции для исследуемого образца Al_2O_3 в координатах БЭТ построилась, указана на рисунке 3.1.3.

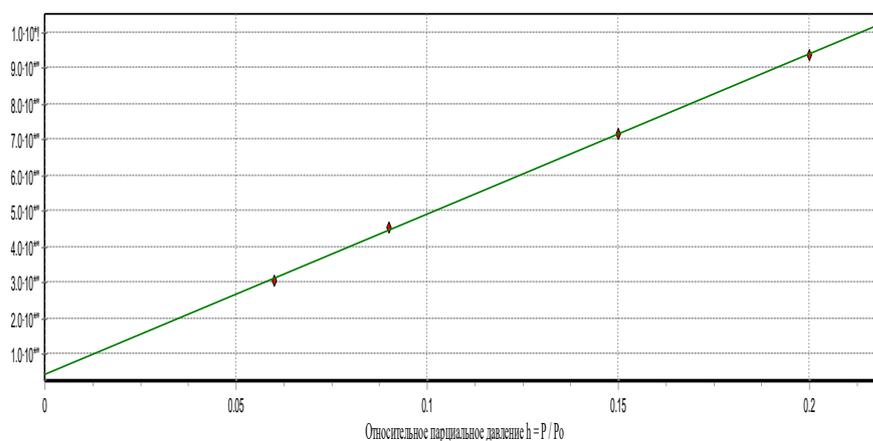


Рис. 3.1.3 – Изотерма адсорбции Al_2O_3 , полученная на установке БЭТ – (СОРБИ-М, МЕТА, Россия)

Рентгенофазовый анализ показал, что исследуемый порошок состоит из чистого альфа оксида алюминия. Экспериментальная и эталонная дифрактограммы порошка представлены рисунке 3.1.4.

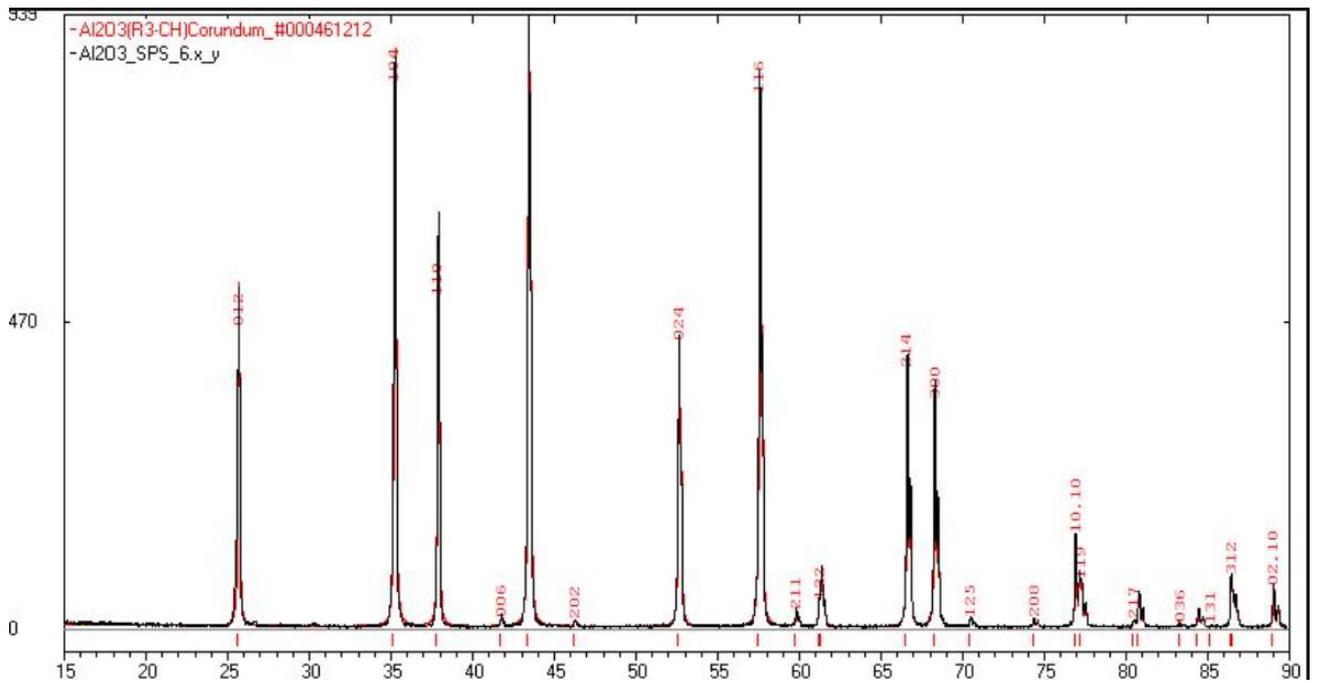


Рис.3.1.4 – Дифрактограмма оксидов алюминия по данным РФА

Энергодисперсионный анализ подтвердил, что порошок состоит из чистого Al₂O₃. Посторонних примесей не обнаружено. Результаты энергодисперсионного анализа представлены на рисунке 3.1.5.

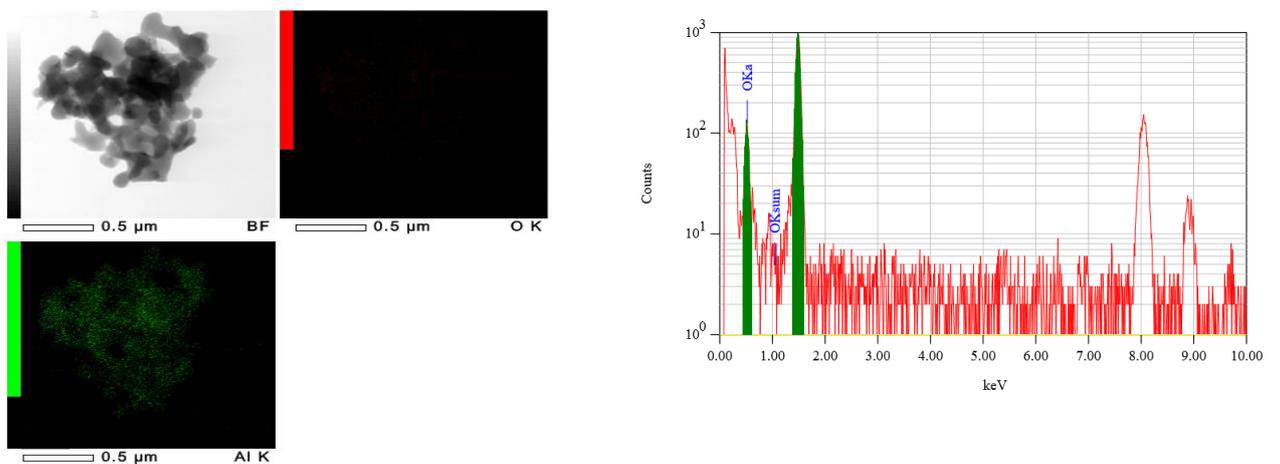


Рис.3.1.5 – Энергодисперсионный анализ Al₂O₃

3.2 Светопропускающая керамика на основе оксид алюминия

Керамические образцы на основе оксида алюминия изготовлены методом электроимпульсного плазменного спекания при различных температурах в диапазоне 1200 °С до 1600 °С. Фотографии изготовленных образцов представлены на рисунке 3.2.1. Образцы, изготовленные при температурах 1200 °С и 1400°С, в связи с этим спекание образца при температуре 1300 °С оказалось не целесообразным.

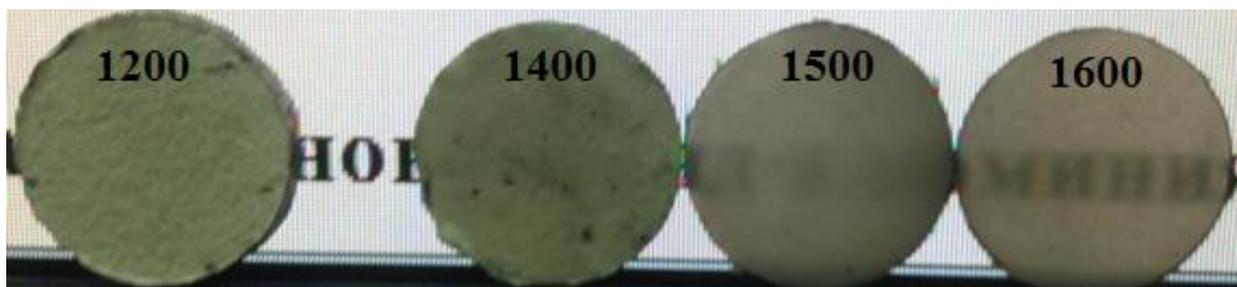


Рисунок 3.2.1 – Фотографии образцов керамики на основе оксида алюминия

По данным, полученным в процессе электроимпульсного плазменного спекания керамических образцов были построены кривые уплотнения в процессе высокотемпературной консолидации, представленные на рисунке 3.2.2.

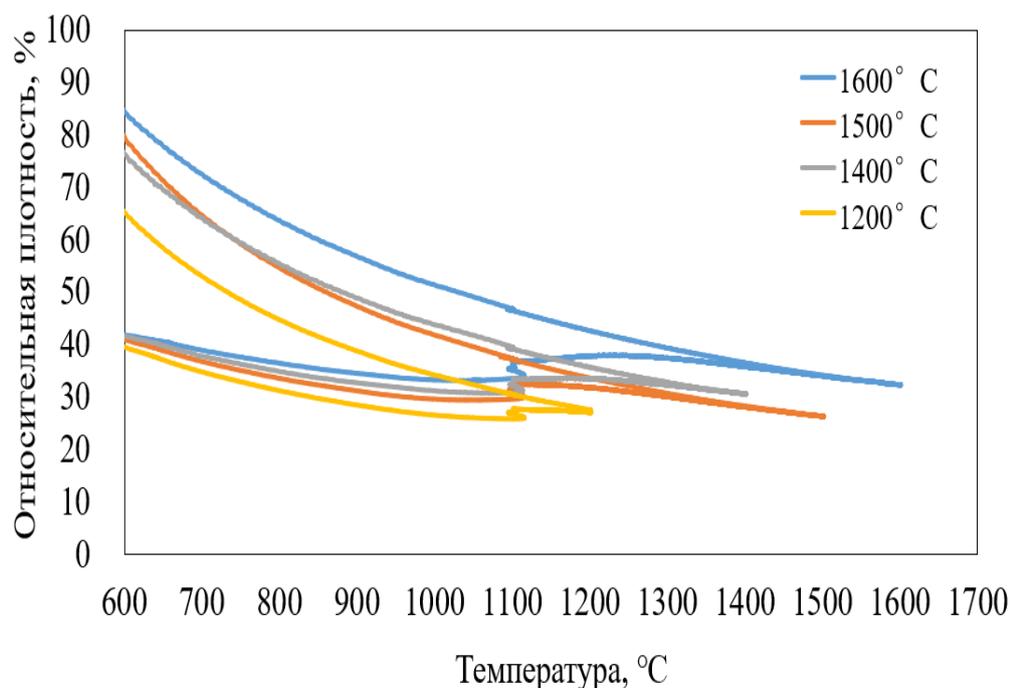


Рис. 3.2.2 –Зависимость линейных размеров Al_2O_3 -керамики в процессе электроимпульсного плазменного спекания от температуры спекания

Как видно из представленного рисунка, в диапазоне температур от 600 °С до 1100 °С происходит изменение линейных размеров образцов, обусловленное термическим расширением порошкового материала. В диапазоне температур 1100 – 1400 °С изменение линейных размеров образцов прекращается, процессы термической усадки начинают превалировать над процессами термического расширения. Спекание материала происходит в диапазоне температур от 1400 °С до 1600 °С, сопровождающееся интенсивным уплотнением, уменьшением пористости и линейных размеров. По достижению температуры 1600 °С процесс спекания не завершается до конца.

В таблице 3.2.3 представлены результаты измерения плотности полученной керамических образцов до механической обработки.

Таблица 3.2.3 – Результаты измерения плотности образцов светопропускающей α -Al₂O₃-керамики перед механической обработкой

Т, °С	ρ , г/см ³	$\rho_{отн}$, %
1600	3,81	95,52
1500	3,79	95,06
1400	3,71	92,98
1200	3,44	86,21

Видно, что, повышение температуры ЭИПС приводит к увеличению относительной плотности керамических образцов на основе Al₂O₃. В диапазоне температур от 1200°С до 1600°С плотность керамики увеличивается с 86,21 % до 95,52 %.

Исследование оптических свойств керамики проводилось после механической шлифовки и полировки торцевых поверхностей образцов. Результаты измерения плотности и значение светопропускания на длине волны 600 нм ($T_{\lambda=600\text{нм}}$) в зависимости от температуры спекания представлены в таблице 3.2.4.

Таблица 3.2.4 – Влияние температуры ЭИПС на относительную плотность и полное пропускание после механической обработкой

Т, °С	$\rho_{отн}$, %	Полное пропускание ($T_{\lambda=600\text{нм}}$)
1600	97,63	38,22

1500	94,17	24,42
1400	91,60	0,00
1200	86,47	0,00

Из таблицы 3.2.4 видно, что с ростом температуры от 1200°C до 1600°C ЭИПС относительная плотность керамики увеличивается от 86,47 % до 97,63%. Светопропускание у образцов, изготовленных при температурах 1200°C и 1400°C в исследованном диапазоне длин волн отсутствует. Это подтверждается результатами измерения оптических свойств, полученными при помощи спектрофотометра. Полное светопропускание образцов, изготовленных при температурах 1500 °C и 1600 °C составляет 24,42 % и 38,22% соответственно.

На рисунке 3.2.5 представлены результаты измерения спектров полного светопропускания керамических образцов, изготовленных при температурах 1500 °C и 1600 °C.

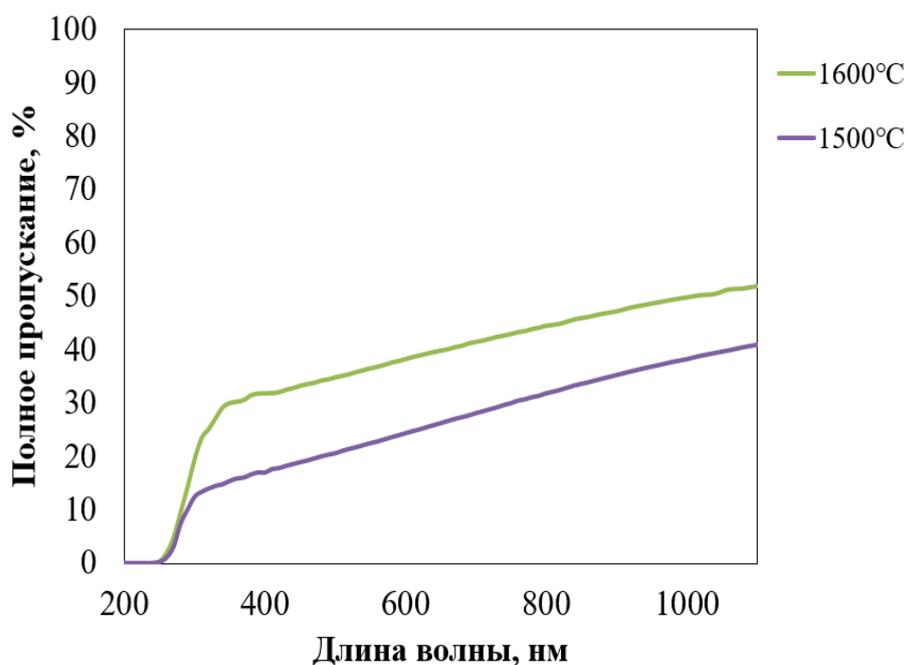


Рис.3.2.5 – Спектр полного светопропускания α -Al₂O₃-керамики, изготовленной при различных температурах спекания

Можно заключить, что увеличение температуры спекания от 1500 °C до 1600 °C позволяет повысить светопропускание керамических образцов на основе оксида алюминия на 13,8 %. Граница светопропускания керамики лежит в области 250 нм. Наблюдается увеличение коэффициента полного пропускания при переходе от видимого к инфракрасному диапазону длин волн.

Наибольшее светопропускание наблюдается у керамического образца, полученного при температуре 1600 °С.

На рисунке 3.2.6 представлены СЭМ-изображения поверхности скола керамических образцов изготовленных при температуре 1600 °С. Анализ СЭМ-изображений α -Al₂O₃-керамики (рисунок 3.2.6) с помощью программного обеспечения Altami Studio 3.4 позволяет заключить, что характер разрушения керамики транкристаллитный. Разрушение происходит преимущественно по телу зерна. Средний диаметр зёрен составляет 31,42 мкм.

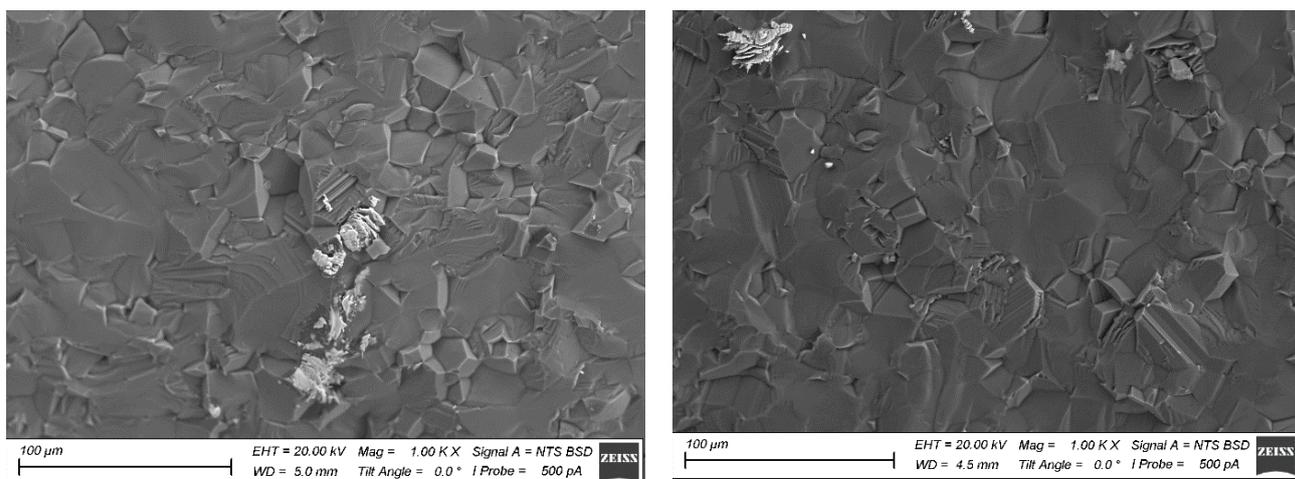


Рисунок 3.2.6 – СЭМ-изображения керамических образцов на основе α -Al₂O₃, изготовленной при температурах ЭИПС 1600°С

На рисунке 3.2.7 представлено распределения зёрен по размерам, построенное по результатам обработки СЭМ-изображения. Размеры зёрен исследуемой керамики находятся в диапазоне от 8 до 79 мкм.

Обнаружено, что зерно распределено неравномерно, наблюдаются мелкие поры, негативно влияющих на светопропускание керамики.

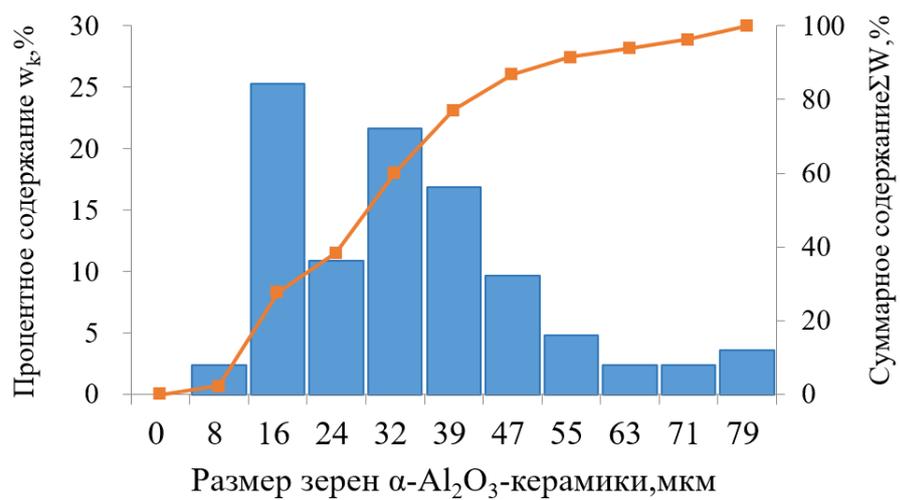


Рис.3.2.7 – Распределение зерен керамических образцов на основе Al_2O_3 по размеру

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

В данной научно-исследовательской работе проводится исследование процессов электроимпульсного плазменного спекания на основе альфа оксида алюминия. Цель данного раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» заключается в оценке перспективности разработки и планировании финансовой и коммерческой ценности конечного продукта, предлагаемого в рамках НИ. Коммерческая ценность определяется не только наличием более высоких технических характеристик над конкурентными разработками, но и тем, насколько быстро разработчик сможет ответить на следующие вопросы: будет ли продукт востребован на рынке, какова будет его цена, каков бюджет научного исследования, какое время будет необходимо для продвижения разработанного продукта на рынок.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- оценка коммерческого потенциала разработки;
- планирование научно-исследовательской работы;
- расчет бюджета научно-исследовательской работы;
- определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

Цель данной ВКР – изготовление светопропускающей керамики на основе альфа оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания и исследование эксплуатационных свойств полученной керамики.

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

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

С помощью анализа конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения, возможно провести оценку

эффективности научной разработки и определить ее направление для будущего развития. В процесс исследования рассматривались две конкурирующие разработки:

- 1) способ шликерного литья;
- 2) метод горячего изостатического прессования (НИР).

Сравнение разработок-конкурентов и разработки данного НИ с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности приведено в таблице 4.1.1.1.

Таблица 4.1.1.1 – Сравнение конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Прозрачность продукта	0,14	5	3	4	0,7	0,42	0,56
2. Повышение производительности труда пользователя	0,09	4	3	4	0,36	0,27	0,36
3. Энергоэкономичность	0,04	4	3	5	0,16	0,12	0,2
4. Уровень шума	0,03	4	4	3	0,12	0,12	0,09
5. Технологичность	0,08	5	4	4	0,4	0,32	0,32
6. Эффективность работы	0,07	4	3	3	0,28	0,21	0,21
7. Простота эксплуатации	0,04	5	5	3	0,2	0,2	0,12
8. Надежность	0,05	5	4	5	0,25	0,2	0,25
9. Твердость продукта	0,04	4	3	4	0,16	0,12	0,16
10. Прочность продукта	0,04	5	5	4	0,2	0,2	0,16
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Реализация продукта	0,09	5	4	5	0,45	0,36	0,45
2. Уровень охвата рынка	0,03	5	4	5	0,15	0,12	0,15
3. Предполагаемая цена	0,07	4	5	3	0,28	0,35	0,21
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,06	4	3	5	0,24	0,18	0,3
5. Финансирование научной разработки конкурентных товаров и разработок	0,04	5	4	5	0,2	0,16	0,2
6. Конкурентоспособность продукта	0,04	5	4	4	0,2	0,16	0,16
7. Срок выхода на рынок	0,03	5	5	5	0,15	0,15	0,15
8. Наличие сертификации разработки	0,02	5	4	4	0,1	0,08	0,08
Итого	1	83	70	75	4,6	3,74	4,13

Рассчитав конкурентоспособность двух используемых методов для изготовления керамики, можно сказать, что конкурентоспособность системы К_ф

составляется 4,6, K_{K1} - 3,74, а K_{K2} - 4,13. В результате проведенного анализа можно сделать вывод, что предлагаемое решение обладает конкурентоспособностью.

4.1.2 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта проведен SWOT-анализ, где детально продуманы сильные и слабые стороны научно-технической разработки. На втором этапе проведения SWOT-анализа составлены интерактивные матрицы проекта, в которых осуществлено выполнение анализа соответствия параметров SWOT каждого с каждым. Соотношения параметров представлены в таблицах 4.1.2.1–4.1.2.4.

Таблица 4.1.2.1 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и сильные стороны»

Сильные стороны проекта						
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	B1	-	-	-	-	-
	B2	-	+	-	-	-
	B3	-	+	-	+	-
	B4	-	+	-	+	-
	B5	+	+	-	-	-

Таблица 4.1.2.2 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и слабые стороны»

Слабые стороны проекта						
Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
	B1	-	-	-	+	-
	B2	-	-	-	-	-
	B3	-	-	-	-	-
	B4	-	-	-	-	-
	B5	-	-	-	-	-

Таблица 4.1.2.3 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и сильные стороны»

Сильные стороны проекта						
Угрозы проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	У1	+	+	-	-	-
	У2	-	-	-	-	-

Таблица 4.1.2.4 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и слабые стороны»

Слабые стороны проекта						
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
	У1	-	-	-	+	-
	У2	-	+	-	-	-

Результаты выполнения SWOT-анализа представлены в таблице 4.1.2.5.

Таблица 4.1.2.5 – Результаты SWOT-анализа

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта</p> <p>С1. Низкая стоимость исходного сырья;</p> <p>С2. Высокий уровень физико- и термомеханических, и оптических свойств продукции;</p> <p>С3. Получение высококачественных продуктов;</p> <p>С4. Экологичность технологии;</p> <p>С5. Методика является перспективной.</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта</p> <p>Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки;</p> <p>Сл2. Невысокие объемы производства;</p> <p>Сл3. Риск нарушения правил безопасности и возникновения различных непредвиденных ситуаций;</p> <p>Сл4. Сложность подбора режима;</p> <p>Сл5. Нет возможности поставить обеспечить крупносерийное производство.</p>
<p>Возможности</p> <p>В1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ</p> <p>В2. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В3. Внедрение технологии в производство</p> <p>В4. Участие в грантах</p> <p>В5. Выход на зарубежные рынки</p>	<p>Направления развития</p> <p>В2С2. Высокий уровень физико- и термомеханических, оптических свойств продукции позволит расширить спрос</p> <p>В3С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции и экологичность технологии являются основанием для внедрения технологии в производство</p> <p>В4С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических, оптических свойств продукции и экологичность технологии позволит участвовать в грантах</p> <p>В5С1С2. Низкая стоимость исходного сырья и высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции является хорошим основанием для выхода на зарубежные рынки</p>	<p>Сдерживающие факторы</p> <p>В1Сл4. Новейшее оборудование позволит на ранних стадиях исследование выявить и предотвратить появление брака</p>
<p>Угрозы</p> <p>У1. Появление</p>	<p>Угрозы развития</p> <p>У1С1С2. Более ускоренные темпы</p>	<p>Уязвимости:</p> <p>У2Сл2. Разработка новых</p>

зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок У2. Разработка новых технологий конкурентами и снижение цен	разработки и производства и поиск технологического решения для ускорения технологического процесса	технологий для увеличения объема производства У1Сл4. Введение систем совершенствования производственных процессов для снижения брака
---	--	--

По результатам данным показано, что сильные стороны данной технологии и возможности способствуют развитию спроса.

Результаты проведенного SWOT-анализа учтены в процессе дальнейшей разработки структуры работ, которые необходимо выполнить в научно-исследовательском проекте.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование работ предполагало определение структуры работ по проведению научного исследования, определение участников каждого вида работ, установление продолжительности работ, построение графика проведения исследований. Перечень этапов, работ и распределение исполнителей по выполнению НТР представлены в таблице 4.2.1.1.

Таблица 4.2.1.1 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	научный руководитель
	2	Календарное планирование выполнения ВКР	инженер, научный руководитель
Выбор способа решения поставленной задачи	3	Обзор научной литературы	инженер
	4	Выбор методов исследования	инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	инженер, научный руководитель
	6	Проведение эксперимента	инженер
Обобщение и оценка результатов	7	Анализ полученных результатов НИР	инженер
	8	Оценка эффективности результатов	научный руководитель

Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	9	Составление пояснительной записки	инженер
--	---	-----------------------------------	---------

Таким образом, выделили основные этапы работ и их содержание, а также исполнителей, выполняющие данные работы.

4.2.2 Разработка графика проведения научного исследования

Определение трудоемкости выполнения научного исследования проведено экспертным путем в человеко-днях. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ожі}$ использована следующая формула:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{\min i} + 2t_{\max i}}{5}, \quad (4.2.2.1)$$

где $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, человеко-дни;
 $t_{\min i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, человеко-дни;

$t_{\max i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, человеко-дни.

Исходя из рассчитанной ожидаемой трудоемкости работ, была определена продолжительность каждого этапа работы (в рабочих днях T_p), учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, а также возможность выполнения нескольких видов работ в один временной промежуток. Далее с помощью формулы 2 рассчитана продолжительность одной работы в рабочих днях:

$$T_{p_i} = \frac{t_{ожі}}{Ч_i}, \quad (4.2.2.2)$$

где T_{p_i} – продолжительность одной работы, рабочие дни;

$t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, человеко-дни;

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

Расчеты временных показателей проведения научного исследования обобщены в таблице 4.2.2.1.

Таблица 4.2.2.1 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ						Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ожі}$, чел-дни			
	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2		
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1. Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	1		3		1,8		1,8	3
2. Календарное планирование выполнения ВКР	1	1	4	4	2,2	3,2	2,2	3
3. Обзор научной литературы		12		16		22,4	13,6	20
4. Выбор методов исследования		3		5		17,4	3,8	6
5. Планирование эксперимента		2		5		21	3,2	5
6. Проведение эксперимента		20		25		38	22	33
7. Анализ полученных результатов НИР	6	6	9	9	7,2	7,2	7,2	11
8. Оценка эффективности результатов		2		6		11,2	3,6	5
9. Составление пояснительной записки		2		5		12,2	3,2	5
Итого	8	48	16	75	11,2	132,6	60,6	88

Примечание: Исп. 1 – научный руководитель, Исп. 2 – студент-инженер

На основе таблицы составлен календарный план-график выполнения проекта с использованием диаграммы Ганта (таблица 4.2.2.2).

Таблица 4.2.2.2 – Диаграмма Ганта

№	Вид работ	Исп	T _{кi} , кал. дн.	Продолжительность работ													
				февр			март			апр			май				
				1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Исп1	3														
2	Календарное планирование выполнения ВКР	Исп1 Исп2	3	 ••••													
3	Обзор научной литературы	Исп2	20		••••••••												
4	Выбор методов исследования	Исп2	6					••••									
5	Планирование эксперимента	Исп2	5					••••									
6	Проведение эксперимента	Исп2	33						••••••••								
7	Анализ полученных результатов НИР	Исп1 Исп2	11														
8	Оценка эффективности результатов	Исп2	5											••••			
9	Составление пояснительной записки	Исп2	5												••••		

Примечание:

|||| – Исп 1 (научный руководитель)

•••• – Исп 2 (инженер)

4.2.3 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета научно-технического исследования учитывались все виды расходов, связанных с его выполнением:

- материальные затраты научно-исследовательской работы (НИР);
- затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы НИР.

4.2.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования

Материальные затраты отражают стоимость приобретенных материалов и сырья, которые входят в состав вырабатываемой продукции, образуя ее основу, или являются необходимыми компонентами при изготовлении продукции (таблица 4.2.3.1.1).

Таблица 4.2.3.1.1 – Затраты на получение светопропускающей керамики на основе Al₂O₃

Наименование статей	Кол-во/1 изд	Цена, руб./кг	Итого затраты, руб.
Порошок оксида алюминия, кг	0,12	160	19,2
Графитовая бумага, кг	0.3	383	114,9
Итого:			134,1

4.2.3.2 Расчет амортизации специального оборудования

Расчет амортизации производится на находящееся в использовании оборудование. В итоговую стоимость проекта входят отчисления на амортизацию за время использования оборудования в статье накладных расходов (таблица 4.2.3.2.1).

Таблица 4.2.3.2.1 – Затраты на оборудование

№	Наименование оборудования	Кол-во, шт.	Срок полезного использования, лет	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1	Установка «SPS- 515S»	1	20	15880000	15880000
2	Спектрофотометр СФ-56 БИК	1	15	235200	235200
3	Установка SALD-7101	1	15	97000	97000
4	БЭТ – анализатор ОРБИ-М	1	10	600000	600000
5	Установка ПЭМ– JEOL, JSM-7500FA	1	15	16000000	16000000
6	Ультразвуковая ванна ГРАД-40	1	5	20500	20500
7	Рентгеновский дифрактометр XRD-7000	1	20	3700000	3700000
Итого:					36532,7 тыс. рб.

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации:

$$H_A = \frac{1}{n}, \quad (4.2.3.2.1)$$

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m, \quad (4.2.3.2.2)$$

где I – итоговая сумма, тыс. руб.; m – время использования, мес.

Рассчитаем амортизацию для установки «SPS-515S», с учётом, что срок полезного использования 20 лет:

$$H_A = \frac{1}{n} = \frac{1}{20} = 0,05. \quad (4.2.3.2.3)$$

Общую сумму амортизационных отчислений находим следующим образом:

Установка «SPS- 515S»:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,05 \cdot 15880000}{12} \cdot 4 = 264667 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.4)$$

Спектрофотометр СФ-56 БИК:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,07 \cdot 235200}{12} \cdot 4 = 5488 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.5)$$

Установка SALD-7101:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,07 \cdot 97000}{12} \cdot 4 = 2263 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.6)$$

БЭТ – анализатор ОРБИ-М:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,07 \cdot 600000}{12} \cdot 4 = 14000 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.7)$$

Установка ПЭМ– JEOL, JSM-7500FA:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,07 \cdot 16000000}{12} \cdot 4 = 373333 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.8)$$

Ультразвуковая ванна ГРАД-40:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,2 \cdot 20500}{12} \cdot 4 = 1367 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.9)$$

Рентгеновский дифрактометр XRD-7000:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,05 \cdot 3700000}{12} \cdot 4 = 61667 \text{ руб.} \quad (4.2.3.2.10)$$

Суммарные затраты амортизационных отчислений:

$$A = 264667 + 5488 + 2263 + 14000 + 373333 + 1367 + 61667 = 722785 \text{ руб.}$$

4.2.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

Основная заработная плата $Z_{осн}$ одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (4.2.3.3.1)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата, руб.; T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн. (таблица 8).

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} = \frac{51285 \cdot 10,3}{246} = 2147,3 \text{ руб.}, \quad (4.2.3.3.2)$$

где Z_m – должностной оклад работника за месяц; F_d – действительный годовой фонд рабочего времени исполнителей, раб.дн.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

- при отпуске в 28 раб. дня – $M = 11,2$ месяца, 5-дневная рабочая неделя;
- при отпуске в 56 раб. дней – $M = 10,3$ месяца, 6-дневная рабочая неделя.

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} = \frac{33150 \cdot 11,2}{213} = 1743,1 \text{ руб.}. \quad (4.2.3.3.3)$$

Должностной оклад работника за месяц:

– для руководителя:

$$Z_m = Z_{мс} \cdot (1 + k_{np} + k_d) k_p = 26300 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 51285 \text{ руб.} \quad (4.2.3.3.4)$$

– для инженера:

$$Z_m = Z_{мс} \cdot (1 + k_{np} + k_d) k_p = 17000 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 33150 \text{ руб.}, \quad (4.2.3.3.5)$$

где Z_{mc} – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.; k_{np} – премиальный коэффициент, равен 0,3; k_{δ} – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2; k_p – районный коэффициент, равен 1,3 (для г. Томска).

Таблица 4.2.3.3.1 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней - выходные дни - праздничные дни	52/14	104/14
Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни	48/5	24/10
Действительный годовой фонд рабочего времени	246	213

Таблица 4.2.3.3.2 – Расчет основной заработной платы исполнителей

Исполнители НИ	Z_{mc} , руб	k_{np}	k_{δ}	k_p	Z_m , руб	$Z_{\delta n}$, руб	T_p , раб.дн.	$Z_{осн}$, руб
Руководитель	26300	0,3	0,2	1,3	51285	2147,3	17	36504,1
Инженер	17000	0,3	0,2	1,3	33150	1743,1	85	148163,5
Итого:								184667,6

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{доп} = K_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 36504,1 = 5475,6 \text{ руб.} \quad (4.2.3.3.6)$$

– для инженера:

$$Z_{доп} = K_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 148163,5 = 22224,5 \text{ руб.}, \quad (4.2.3.3.7)$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

4.2.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

Для руководителя:

$$Z_{внед} = K_{внед} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3 \cdot (36504,1 + 5475,6) = 6297 \text{ руб.} \quad (4.2.3.4.1)$$

Для инженера:

$$Z_{внед} = K_{внед} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3 \cdot (148163,5 + 22224,5) = 25558 \text{ руб.} \quad (4.2.3.4.2)$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2020 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ).

4.2.3.5 Накладные расходы

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

Накладные расходы в целом:

$$Z_{накл} = (\text{сумма статей } 1 \div 6) \cdot k_{нр} =$$

$$= (722785 + 134,1 + 184667,6 + 27700,1 + 31855) \cdot 0,2 = 193434,4 \text{ руб.} \quad (22)$$

где $k_{нр}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величина коэффициента принимается равной 0,2.

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется калькуляция плановой себестоимости НИ «Электроимпульсное плазменное спекания светопропускающей керамики на основе альфа оксида алюминия» по форме, приведенной в таблице 4.2.3.5.1.

Таблица 4.2.3.5.1 – Группировка затрат по статьям

Статьи							
Амортизация	Сырье, материалы	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого без накладных расходов	Накладные расходы	Итого бюджетная стоимость
722785	134,1	184667,6	27700,1	31855	967171,8	193434,4	1160606,2

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

Для определения эффективности исследования рассчитан интегральный показатель эффективности научного исследования путем определения интегральных показателей финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

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

В качестве аналогов данной НТР рассмотрены:

- 1) способ шликерного литья;
- 2) метод горячего изостатического прессования (НИР).

Интегральный финансовый показатель вариантов выполнения проектируемого объекта определялся по формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.}i} = \frac{\Phi_{ri}}{\Phi_{\text{мах}}}, \quad (4.3.1)$$

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

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

$\Phi_{\text{мах}}$ – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.}1} = \frac{1254172}{1254172} = 1$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.}2} = \frac{1203296}{1254172} = 0,96$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.}3} = \frac{1160606,2}{1254172} = 0,93$$

В результате расчета интегрального финансового показателя по трем вариантам разработки вариант 3 (данная НТР) с небольшим перевесом признан более приемлемым с точки зрения финансовой эффективности.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов выполнения НТР (I_{ri}) определен путем сравнительной оценки их характеристик, распределенных с учетом весового коэффициента каждого параметра (таблица 4.3.2).

Таблица 4.3.2– Сравнительная оценка характеристик вариантов НТР

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Вар.1	Вар.2	Вар.3
1. Актуальность рассматриваемого продукта	0,30	4/1,2	5/1,5	5/1,5
2. Стабильность работы	0,15	3/0,45	4/0,6	4/0,6
3. Технические характеристики	0,10	3/0,3	4/0,4	5/0,5
4. Ремонтопригодность	0,20	4/0,8	5/1	4/0,8
5. Продолжительность процесса	0,15	3/0,45	3/0,45	5/0,75
6. Безопасность при использовании установки	0,20	5/1	4/0,8	4/0,8
ИТОГО	1	22/4,2	25/4,75	27/4,95

$$I_{p-вар1} = 4,2;$$

$$I_{p-вар2} = 4,75;$$

$$I_{p-вар3} = 4,95.$$

На основании полученных интегрального финансового показателя и интегрального показателя ресурсоэффективности был рассчитан интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ($I_{вари}$) по формуле:

$$I_{вари} = \frac{I_{p-вари}}{I_{финр}} \cdot \text{финр} \quad (4.3.2)$$

$$I_{p-вар1} = \frac{4,2}{1} = 4,2, \quad I_{p-вар2} = \frac{4,75}{0,96} = 4,95, \quad I_{p-вар3} = \frac{4,95}{0,93} = 5,32$$

Далее интегральные показатели эффективности каждого варианта НТР сравнивались с интегральными показателями эффективности других вариантов с целью определения сравнительной эффективности проекта (таблица 4.3.3).

Таблица 4.3.3 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Вар. 1	Вар. 2	Вар. 3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,96	0,93
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,2	4,75	4,95
3	Интегральный показатель эффективности	4,2	4,95	5,32
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	Вар.1/Вар.2 = 0,88 Вар. 1/Вар. 3= 0,84	Вар. 2/Вар. 1 = 1,13 Вар. 2/Вар. 3 = 0,95	Вар. 3/Вар. 1 = 1,19 Вар. 3/Вар. 2 = 1,05

Сравнение среднего интегрального показателя сопоставляемых вариантов позволило сделать вывод о том, что наиболее финансово- и ресурсоэффективным является вариант 3 (данная разработка), т. к. показатель его сравнительной эффективности по отношению к каждому из сравниваемых вариантов больше 1.

Выводы по разделу

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

1. Результатом проведенного анализа конкурентных технических решений является выбор одного из вариантов реализации НТР как наиболее предпочтительного и рационального по сравнению с остальными.

2. При проведении планирования был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество календарных дней для выполнения работы – 88 дней; общее количество календарных дней, в течение которых работал инженер, – 85; общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель, – 17;

3. Составлен бюджет проектирования, позволяющий оценить затраты на реализацию проекта, которые составляют 1160606,2 руб;

4. По факту оценки эффективности ИР, можно сделать выводы:

1) значение интегрального финансового показателя ИР составляет 0,93, что является показателем того, что ИР является финансово выгодной по сравнению с аналогами;

2) значение интегрального показателя ресурсоэффективности ИР составляет 4,95, по сравнению с 4,2 и 4,75;

3) значение интегрального показателя эффективности ИР составляет 5,32, по сравнению с 4,2 и 4,95, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в ИР, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

5 Социальная ответственность

Цель данного раздела ВКР заключается в оценке степени безопасности проведения исследования, направленного на изготовление светопропускающей керамики на основе оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания. Объектом исследования является нанопорошок оксида алюминия Al_2O_3 . Область применения результатов ВКР – получение светопропускающей керамики на производстве.

Исследование проводилось в лаборатории Томского политехнического университета (ауд. 020 10 корпуса).

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

5.1.1 Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства

При организации работ в лаборатории следует исходить из положений Трудового кодекса Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. от 02.12.2019) [1].

Некоторые виды деятельности в нанотехнологических лабораториях относятся к видам работ в тяжелых и вредных условиях. В соответствии с Российским законодательством таким работникам повышают оплату труда, сокращают продолжительность рабочего времени, выдают молоко, досрочно назначают трудовую пенсию.

Для установления гарантий и компенсаций обращаются к Трудовому кодексу РФ, а также к локальным нормативным актам, коллективному договору, трудовому договору.

5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

Эксперименты исследования светопропускающей керамики проходились в лаборатории ТПУ корпуса №10. Рабочее место, находящийся в подвальном помещении, имеет ширину 4 м, длину 4 м и высоту 2,5 м. В лаборатории

располагается только одно окно шириной 0,5 м и длиной 0,6 м. В помещении находятся 3 технических оборудования, 4 рабочих мест.

При проведении лабораторных работ работник лаборатории находится в положении стоя (преимущественно) и сидя. Соответственно, когда организуют рабочее место инженера, должны соблюдать требования [2] и [3].

В процессе выполнения данной работы с использованием наночастицами оксида алюминия все работники необходимы использовать средства индивидуальной защиты такими как очки, халат, маска для защиты дыхательных путей [ТК РФ. Охрана труда. Требования охраны труда. Статья 212. Обязанности работодателя по обеспечению безопасных условий и охраны труда].

Работники должны понимать и соблюдать правила личной гигиены. Работникам разрешается питаться, курить и отдыхать только в специально отведенных для этого помещениях и зонах. Рабочее место должно быть регулярно убрано после работы. Создание хороших уютных условий труда может повысить привлекательность работы и оказать положительное влияние на повышение ее эффективности.

Конструкция рабочего места должна предполагать удобство выполнения необходимых операций в рамках зоны досягаемости моторного поля.

5.2 Производственная безопасность

При исследовании проводилась работа в лаборатории Томского политехнического университета с применением ультразвуковой ванны, ручного масляного пресса, установки электроимпульсного плазменного спекания (SPS-515S), и шлифовально-полировальных станок, поэтому к электробезопасности необходимо серьезно относиться при проведении экспериментов.

В ходе выполнения работы установка SPS-515S и ультразвуковая ванна создают много шума во время работы, в этом случае работники находятся в шумной обстановке. Шум может также влиять на здоровье человека при огромном звуке.

Микроклимат в рабочей зоне является важным фактором здоровья работающего и качества его работы. Так, например, низкая влажность может быть причиной пересыхания слизистой оболочки дыхательных путей.

Были выявлены потенциальные вредные и опасные производственные факторы [4], которые могут воздействовать на исследователя в ходе приготовления светопропускающей керамики из нанопорошков Al_2O_3 (таблица 5.2.1).

Таблица 5.2.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разрабо тка	Изготов ление	Эксплуа тация	
1. Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	ГОСТ 12.1.005-88 [5] СанПиН 2.2.4.548-96 [6]
2. Превышенный уровень шума		+		ГОСТ 12.1.003-2014 [7] ГОСТ 12.1.029-80 [8] СН 2.2.4/2.1.8.562-96 [9]
3. Недостаточная освещенность рабочей зоны		+	+	СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 [10] СП 52.13330.2016 [11]
4. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	+	+	+	ГОСТ 12.1.019-2017 [12] ГОСТ 12.1.038-82 [13]

5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов

5.2.1.1 Анализ показателей микроклимата

Понятие «микроклимата» представлено температурой и относительной влажностью воздуха, скоростью движения воздуха и степенью интенсивности теплового излучения.

Оптимальные и допустимые показатели микроклимата в рабочей зоне производственного помещения для категории работ «Легкая Ia» по ГОСТ 12.1.005-88 [5] приведены в таблице 5.2.1.1.1.

Таблица 5.2.1.1.1 – Требования к микроклимату помещения для категории работ «Легкая Ia»

Период года	Температура, °С					Относительная влажность, %		Скорость движения, м/с	
	оптимальная	допусти мая				оптимальная	допустимая на рабочих местах постоянных и непостоянных, не более	оптимальная, не более	допустимая на рабочих местах постоянных и непостоянных
		верхняя граница		нижняя граница					
		на рабочих местах							
	посто- янных	не- посто- янных	пос- тоян- ных	не- посто- янных					
Холод- ный	22- 24	25	26	21	18	40-60	75	0,1	Не более 0,1
Теплый	23- 25	28	30	22	20	40-60	55 (при 28°С)	0,1	0,1-0,2

Микроклимат в рабочей зоне является важным фактором здоровья работающего и качества его работы. Так, например, низкая влажность может быть причиной пересыхания слизистой оболочки дыхательных путей.

Лаборатория, в которой проводилось исследование, находится в подвальном помещении. В таких помещениях есть опасность высокого уровня влажности, а также недостаточности скорости движения воздуха в связи с отсутствием больших окон.

Соответствие показателей микроклимата нормам необходимо регулярно контролировать посредством измерений данных показателей, исходя из требований, обозначенных в [6].

Улучшение микроклимата в лаборатории может быть достигнуто с помощью регулирования движения воздуха посредством вентиляции.

5.2.1.2 Анализ показателей шума

Гигиенические нормативы по шуму определены в ГОСТ 12.1.003-2014 [7] и в СН 2.2.4/2.1.8.562-96 [9].

Работа специалиста по материаловедению в лаборатории относится к категории работ со средней степенью напряженности и с легкой физической нагрузкой. Для рабочих мест таких работников предельно допустимый уровень шума составляет 70дБА [7] (таблица 5.2.1.2.1).

Таблица 5.2.1.2.1 – 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 физическая нагрузка	средняя физическая нагрузка	тяжелый труд 1 степени	тяжелый труд 2 степени	тяжелый труд 3 степени
Напряженность легкой степени	80	80	75	75	75
Напряженность средней степени	70	70	65	65	65
Напряженный труд 1 степени	60	60	-	-	-
Напряженный труд 2 степени	50	50	-	-	-

Источником шума в лаборатории являются ультразвуковая ванна и установка электроимпульсного плазменного спекания.

Показатели уровня шума в лаборатории соответствуют нормативам. Если уровень шума превышает нормы, необходимо принимать меры по снижению уровня шума и защите работников от его воздействия в соответствии с [7].

Средства и методы защиты от шума [8]:

- рациональное планирование режима труда;
- индивидуальные средства защиты;
- звукоизолирующие и звукопоглощающие элементы.

5.2.1.3 Анализ освещенности рабочей зоны

Нормы освещения научно-технических лабораторий, в том числе физических, стилометрических, спектрографических и т. п., по [11] представлены в таблице 5.2.1.3.1.

Получение светопропускающей керамики предполагает зрительные работы, относящиеся к VI разряду (грубая точность). Нормы разных видов освещения для промышленных помещений со зрительными работами шестого разряда [10] представлены в таблице 5.2.1.3.2.

Таблица 5.2.1.3.1 – Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения научно-технических лабораторий

Рабочая поверхность и плоскость	Естественное освещение КЕО e_n , %		Совмещенное освещение КЕО e_n , %		Искусственное освещение		
	при верхнем	при	при верхнем	при	Освещенность, лк	Показате	Коэффиц

нормирования КЕО и освещенности (Г – горизонтальная, В – вертикальная) и высота плоскости над полом, м	или комбинированном освещении	боковым освещении	или комбинированном освещении	боковым освещении	при комбинированном освещении		при общем освещении	ль дискомфорта, М, не более	инт пульсации освещенности, КЕО _п , %, не более
					всего	от общего			
Г-0,8	3,5	1,2	2,1	0,7	500	300	400	40	10

Таблица 5.2.1.3.2 – Требования к освещению помещений промышленных предприятий (для категории VI)

Искусственное освещение				
Освещенность, лк			Сочетание нормируемых величин объединенного показателя дискомфорта UGR и коэффициента пульсации	
при системе комбинированного освещения		при системе общего освещения	UGR, не более	К _п , %, не более
Всего	В том числе от общего			
-	-	200	25	20

В результате недостатка освещения ухудшается сон, увеличивается зрительная нагрузка, развиваются офтальмологические заболевания.

В рабочем месте применяется совмещенное освещение. Основным источником света являются 6 люминесцентных ламп с зеркальными решетками, расположенных в 3 ряда. В каждом ряду можно установили 3 светильников типа ЛТБ-40 с мощностью 40 Вт (с длиной 1,2м, шириной 0,4м).

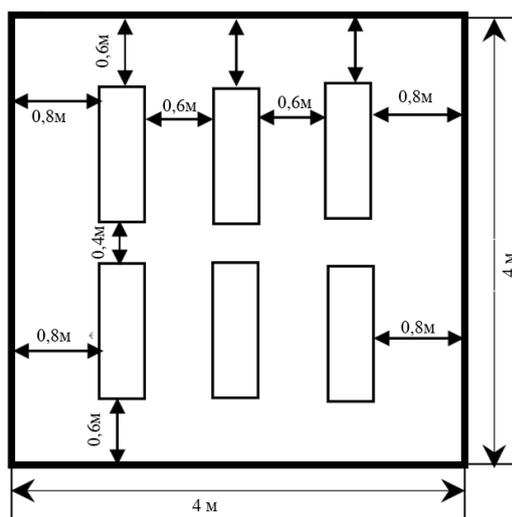


Рисунок 5.2.1.3.1 – План расположения светильников в рабочем помещении
 Таблица 5.2.1.3.2 – Параметры для расчета освещенности помещения на рабочих местах

Высота помещения Н, м	Длина помещения А, м	Ширина помещения В, м	коэффициент отражения стен R _с , %	Коэффициент отражения потолка R _п , %	Коэффициент запаса, k	коэффициент размерности Z	Высота рабочей поверхности h _р , м	Мощность, Вт	Световой поток одной лампы Φ, лм
2,5	4	4	50	70	1,5	1,2	0,9	40	2850

Произведем расчет искусственного освещения помещения:

Определяем индекс помещения i по формуле:

$$i = \frac{S}{H * (A + B)} = \frac{4 * 4}{2,5 * (4 + 4)} = 0,8$$

Коэффициент использования светового потока: $\eta = 41\%$.

Определяем потребный световой поток ламп в каждом из рядов по формуле 5.2.1.3.1:

$$\Phi = \frac{E_n * S * K_z * Z}{N_l * \eta} \quad (5.2.1.3.1)$$

где E_n – нормируемая минимальная освещенность, (СНиП 23-05-95)

$E_n = 400$ лк,

k – коэффициент запаса,

n – число ламп в помещении,

η – коэффициент использования,

Z – коэффициент равномерности.

$$\Phi = \frac{400 * 16 * 1,5 * 1,2 * 100\%}{2 * 41\%} = 14049 \text{ лм}$$

В каждом светильнике 2 лампы со световым потоком 2850 лм.

Необходимое число светильников в ряду:

$$N = \frac{14049}{2 * 2850} \approx 2$$

Фактическая освещённость определяется E_f :

$$E_f = 2850 * 3 * 2 = 17100 \text{ лм}$$

Рассчитываем фактическое значение освещения в помещении по формуле:

$$E_{\text{фактич.}} = \frac{\Phi * N * \eta}{S * K_3 * Z * 100\%} = \frac{14049 * 2 * 41\%}{16 * 1,5 * 1,1 * 100\%} = 436 \text{ лк}$$

Согласно стандарту, рекомендуемое освещение разрядной камеры, составляет равен 400 лк. В рассматриваемом рабочем помещении составит 436лк приходится на искусственное освещение без учета естественного освещения. Таким образом, такое рабочее место соответствует требованию освещения рабочих мест в производственных помещениях, указанные в СНиП 23-05 [11].

5.2.1.4 Анализ электробезопасности

Электрический ток – это повышенный источник опасности. В таблице 5.2.1.4.1 представлены предельно допустимые значения электрического тока при нормальном режиме работы электроустановок [13].

Таблица 5.2.1.4.1 – Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

Род тока	U , В	I , мА
	не более	
Переменный, 50 Гц	2,0	0,3
Переменный, 400 Гц	3,0	0,4
Постоянный	8,0	1,0

Одним из самых распространенных источников поражения электрическим током считаются открытые металлические участки электроприборов, поврежденные проводка, выключатель, розетка.

Причиной поражения током могут быть случайное прикосновение к токоведущим частям, появление напряжения в результате повреждения изоляции и появления напряжения вследствие ошибочного включения оборудования [12].

В рабочем месте отсутствуют условия, создающие особую опасность, поэтому такое рабочее место относится к Помещения повышенной опасности поражения электрическим током. (ПУЭ).

Под электробезопасностью понимается совокупность технических и организационных средств и мероприятий, которые предназначены для обеспечения защиты людей.

Для обеспечения электробезопасности применяются заземление, защитные очки, безопасная конструкция электроприборов, инструменты с изоляционными ручками [12].

5.3 Экологическая безопасность

При выполнении исследования лаборатория на базе «Нано-Центра» ТПУ не представляет собой промышленное предприятие, все продукты производятся в лабораторных количествах, следовательно, создание защиты селитебной зоны, как санитарно-защитная зона, не является необходимым.

Одним из возможных опасных факторов для атмосферы в ходе получения светопропускающей керамики на основе оксида алюминия методом ЭИПС возможно распространение порошка Al_2O_3 в воздушной среде. Защита атмосферного воздуха от выбросов представлена очисткой вредных выбросов в специальных аппаратах (циклоны, фильтры и т.п.) и рассеиванием очищенных выбросов в воздухе. Выбросы порошка, появляющиеся при проведении исследования, не превышают ПДК [16].

Изготовленные образцы $\alpha-Al_2O_3$ керамики подвергаются очистке с помощью воды. Остатки порошка через водопроводную систему могут

попадать в почву и в воду. Чтобы очистить загрязнённую воду, применяются методы экстракции, обратного осмоса, ректификации и ультрафильтрации и др. Избыточное количество вредных веществ в воде вредно для людей, животных и растений. Количество отходов, попадающие в процессе исследования в воду, не превышает ПДК [17].

Во время проведения опытов образуются вредные твердые отходов: бумага для пресс-формы. При попадании порошковых материалов в почву возможно изменение её состава, что негативно влияет на находящиеся там живые организмы. Законодательство требует соблюдения правил утилизации вредных твердых отходов.

Таким образом, проведение исследования безопасно для атмосферы, гидросферы и литосферы.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

К чрезвычайным ситуациям относят опасные события или явления, которые являются причиной нарушения безопасности жизнедеятельности.

В рабочем месте есть вероятность возникновения чрезвычайных ситуаций техногенного (разрыв, пожар) и природного (наводнение, землетрясение и т.д.) характера.

Сильный мороз зимой является минимальной температурой, опасной для определенной лаборатории. Сильные морозы является причиной увеличения числа техногенных пожаров. В случае сильных мороз зимой в лаборатории оборудования требуют специальных изоляционных и морозильных устройств. Для обертывания частей оборудования, которые легко замерзают, необходимо использовать теплоизоляционные материалы. Когда наступает зима, необходимо проверять, чтобы предотвратить повреждение упакованных теплоизоляционных материалов.

В лаборатории наиболее вероятно возникновение чрезвычайных ситуаций техногенного характера. На случай возникновения чрезвычайной ситуации в лаборатории должен быть предусмотрен следующий комплекс мероприятий: 1) необходимо эвакуировать людей или укрыть их в защитных сооружениях;

2) обеспечить людей индивидуальными средствами защиты; 3) организовать медицинскую помощь пострадавшим.

Рассмотрим наиболее типичную ЧС, такую как пожар в лаборатории.

Анализ пожарной безопасности

В лаборатории может произойти авария, взрыв или пожар. Наиболее распространенная вероятная чрезвычайная ситуация – это пожар. Помещение лаборатории по степени пожароопасности относится к классу Б, т.к. в нем присутствует выделение горючей пыли или волокон [18].

Причинами пожара могут быть: оставление без присмотра нагревательных приборов; перегрузки по току; искрение; статическое электричество, нарушение правил пожарной безопасности при проведении работ и т.п.

Во избежание пожара в лаборатории должно быть обеспечено соблюдение теплового и электрического режима работы оборудования; все сотрудники лаборатории должны пройти противопожарный инструктаж.

Пожарный инвентарь и первичные средства пожаротушения должны содержаться в исправном состоянии и находиться на видном и легко доступном месте.

Если в лаборатории возник пожар, то после ликвидации пожара формируют комиссию, определяющую возможность дальнейшего использования лабораторного оборудования, которое проверяют на соответствие требованиям пожарной безопасности. При отсутствии повреждений возможно продолжение работ [19].

Выводы по разделу

Таким образом, с учетом безопасности и гигиены труда в данном разделе ВКР были рассмотрены потенциальные вредные и опасные факторы на рабочем месте во время изготовления светопропускающей керамики на основе альфа-оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания (шум,

отклонение показателей микроклимата, электрический ток) и рекомендованы мероприятия по их устранению..

Исследовано влияние этих факторов на человека по допустимым нормам. Рассмотрены типичные чрезвычайные ситуации, их поведение, охарактеризованы меры предосторожности для их предотвращения.

Анализ показал, что проведение исследования отличается низким уровнем опасности для человека и окружающей среды.

Заклучение

В результате выполненной работы была изготовлена светопропускающая керамика на основе оксида алюминия методом электроимпульсного плазменного спекания при температурах 1200°C - 1600°C. Показано, метод электроимпульсного плазменного спекания позволяет изготовить светопропускающую керамику, обладающую высокой плотностью и низкой остаточной пористостью в структуре.

Сделаны следующие выводы:

1. Установлено, что увеличение температуры ЭИПС с 1200 до 1600 °C приводит к увеличению относительной плотности и светопропускания керамики на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Стоит отметить, что керамические образцы на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, изготовленные при температурах 1200 - 1400 °C, не пропускают свет.

2. Определен оптимальный режим ЭИПС спекания: температура - 1600 °C, давление прессования - 100 МПа, изотермическая выдержка - 15 минут, скорость нагрева 10 °C/мин, позволяющий получить керамику плотностью 95,52 % и светопропусканием 38,22 % на длине волны 600 нм.

Список литературы

1. Qin Zhengqi. New Ceramic Materials Manual. Jiangsu: Jiangsu Science and Technology Press, 1996: 277.
2. Ивашутенко А.С., Анненков Ю.М., Сивков А.А. Разработка технологии прозрачной керамики на основе оксидов иттрия и алюминия // Интернет-журнал Науковедение. - 2013. - № 3 (16). - С. 68.
3. [Электронный ресурс]: Википедия. Оксид алюминия. https://ru.wikipedia.org/wiki/Оксид_алюминия
4. Abyzov, Andrey. Оксид алюминия и алюмооксидная керамика (Обзор). Часть 1. Свойства Al_2O_3 и промышленное производство дисперсного Al_2O_3 . // ООО "Интермет Инжиниринг" (Москва). Новые огнеупоры. January 2019. 16-23.
5. Дятлова, Е. М. Д 99 Химическая технология керамики и огнеупоров. Лабораторный практикум : учеб. пособие для студентов специальностей «Химическая технология неорганических веществ, материалов и изделий», «Производство строительных изделий и конструкций» / Е. М. Дятлова, В. А. Бирюк. – Минск : БГТУ, 2006. – 284 с.
6. Е. Г. Земцова, А. В. Монин, В. М. Смирнов и др. Формирование и механические свойства алюмоокислородной керамики на основе микрои наночастиц оксида алюминия // Физическая мезомеханика. — 2014. — с. 53–58.
7. Гаршин А.П. Керамика для машиностроения/А.П. Гаршин, В.М. Гропянов, Г.П. Зайцев, С.С. Семенов. – М.: Научтехлитиздат, 2003. – 384 с.
8. Приб, И. А. Особенности керамики, синтезированной на основе наноструктурных порошков $Al[2]O[3]$, подвергнутых ультразвуковой обработке [Текст] / И. А. Приб, Ю. С. Зуев // Огнеупоры и техническая керамика. - 2015. - № 4/5. - С. 54-59.
9. Григорьев М. В. Исследование механических свойств корундовой керамики при изменении пористости и размеров кристаллитов // Журнал Сибирского федерального университета. 2011. № 4. С. 113–120.

10. Victor M. Orera and Rosa I. Merino. Ceramics with photonic and optical applications/ BOL SOC ESP CERÁM VIDR. 2015; 54(1): 1–10 // <http://dx.doi.org/10.1016/j.bsecv.2015.02.002>
11. Chen Shi., Wu Yiquan., New Opportunities for Transparent Ceramics.// American Ceramic Society Bulletin. (2013). 92. 32-37.
12. Osipov V.V., Ishchenko A.V., Shitov V.A. et al Fabrication optical and scintillation properties of transparent YAG:Ce ceramics // Optical Materials. – 2016 - V. 71 P. 45–49.
13. Г.А. Выдрик, Т.В. Соловьева, Ф.Я. Харитонов. Прозрачная керамика. – Москва, Энергия, 1980. – 5-9, 96 с., 2.
14. Лукин Е. С. Современная высокоплотная оксидная керамика с регулируемой микроструктурой. Часть VI. Получение оптически прозрачных оксидных материалов // Огнеупоры и техническая керамика. - 1997 - № 9 - С. 13-18.
15. Shen Zhigang, Chen Jianfeng, Liu Runjing, et al. Current Status and Prospects of Inorganic Nanopowder Manufacturing Technology[J] // Inorganic Salt Industry, 2002, 34(3): 18-21.
16. Григорьев, М. В. Исследование тонкой кристаллической структуры пористой корундовой керамики [Текст] / М. В. Григорьев, С. Н. Кульков // Известия вузов. Физика. - 2010. - т. 53, п 12.
17. Охлопкова А.А., Слепцова С.А., Парникова А.Г., Ульянова Т.М., Калмычкова О.Ю. Триботехнические и физикомеханические свойства нанокompозитов на основе ПТФЭ и оксида алюминия // Трение и износ. - Т. 29. - № 6. - Гомель, 2008. - С. 635-639.
18. И.В. Анциферова, В.Б. Кульметьева, С.Е. Порозова, И.В. Ряпосов., Механическая активация ультрадисперсных порошков оксида алюминия и свойства корундовой керамики / И. В. Анциферова [и др.] // Огнеупоры и техническая керамика. -, 2008. - № 1. - С. 29-32.

19. Толкачева, А. С. Т52 Технология керамики для материалов электронной промышленности: учеб. пособие. В 2 ч. Ч. 1 / А. С. Толкачева, И. А. Павлова. — Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2019 — 124 с.
20. Болдин М.С., Сахаров Н.В., Шотин С.В., Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Котков Д.Н., Писклов А.В. Композиционные керамики на основе оксида алюминия, полученные методом электроимпульсного плазменного спекания для трибологических применений- Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. 2012. № 6-1. С. 32-37.
21. Jiang D., Hulbert D.M., Anselmi-Tamburini U., Ng T., Land D., Mukherjee A.K. Spark plasma sintering and forming of transparent polycrystalline Al_2O_3 windows and domes // Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. Eng.. 6545. 654509-654509. 10.1117/12.730861, -(2007).
22. Земцова Е.Г., Монин А.В., Смирнов В.М., Семенов Б.Н., Морозов Н.Ф. Формирование и механические свойства алюмоокислородной керамики на основе микро- и наночастиц оксида алюминия // Физическая мезомеханика. — 2017. — Т. 17. — № 6. — С. 53–58
23. Сердобинцев Ю.П., Харьков М.Ю., Наззал Анан Се. Обзор и анализ применения керамических материалов в различных отраслях промышленности. Журнал "Современные проблемы науки и образования". - 2014.
24. Бучилин Н.В., Люлюкина Г.Ю., Варрик Н.М. Влияние режима обжига на структуру и свойства высокопористых керамических материалов на основе алюмомагнезиальной шпинели. //Новые огнеупоры. 2019;(1):37-42.
25. Номоев А.В., Буянтуев М.Д., Бардаханов С.П. Синтез и исследование механических свойств керамики на основе нанодисперсного порошка оксида алюминия // Вестник ВСГТУ. — 2010. — № 4. — С. 28–32
26. Jiang D., Hulbert D.M., Anselmi-Tamburini U., Ng T., Land D., Mukherjee A.K. Spark plasma sintering and forming of transparent polycrystalline Al_2O_3 windows and domes // Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. Eng.. 6545. 654509-654509. 10.1117/12.730861, -(2007).

27. Jiang, D.T., Hulbert, D.M., Anselmi-Tamburini, U., Ng, T., Land, D., Mukherjee A.K./Optically transparent polycrystalline Al_2O_3 produced by spark plasma sintering// J. Am. Ceram. Soc., 91, 151 – 154, (2008).
28. Качаев А.А., Гращенков Д.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С.Ст., Хасанов О.Л. Оптически прозрачная керамика (обзор) // Стекло и керамика. – 2016. – № 4. – С. 3–10.
29. Grasso, Salvatore., Yoshida, Hidehiro., Porwal, Harshit., Sakka, Yoshio., Reece, Mike. Highly transparent α -alumina obtained by low cost high pressure SPS. Ceramics International. 39. 3243-3248. 10.1016/j.ceramint.2012.10.012.
30. А. С. Толкачева., Общие вопросы технологии тонкой керамики: учеб. пособие / А. С. Толкачева, И. А. Павлова. — Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2018 — 184 с.
31. Богданчик, М. И. Горячее изостатическое прессование (HIP) / Новые материалы и технологии их обработки : сборник научных работ XV Республиканской студенческой научно-технической конференции, 22–25 апреля 2014 г. // Н. И. Иваницкий. – Минск: БНТУ, 2014. – с. 29 - 30.
32. Suarez, M., Fernandez, Adolfo., Menendez, Jose Luis., и др. Effect of freeze-drying treatment on the optical properties of SPS-sintered alumina. Ceramics International. 39. 6669–6672.- (2013).
33. Lallemand Lucile., Roussel Nicolas., Fantozzi Gilbert., Garnier Vincent., Bonnefont, et al. Effect of amount of doping agent on sintering, microstructure and optical properties of Zr⁺ and La⁺ doped alumina sintered by SPS. //Journal of the European Ceramic Society. 34. 1279–1288. 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.11.015.
34. Wang Dewen., Shen Lu., Ran Songlin., Huang Qing. (2014). Transparent alumina fabricated by SPS sintering with AlF_3 doping. // Scripta Materialia. 92. 31–34. 10.1016/j.scriptamat.2014.08.007.
35. Stuer Michael., Zhao Zhe., Aschauer Ulrich., Bowen Paul. Transparent Polycrystalline Alumina Using Spark Plasma Sintering: Effect of Mg, Y and La Doping. // Journal of the European Ceramic Society. 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.12.001.

36. Ghanizadeh, Shaghayegh., Grasso, Salvatore., Ramanujam, Prabhu., et al. (2016). Improved Transparency and Hardness in α -alumina Ceramics Fabricated by High-pressure SPS of Nanopowders. *Ceramics International*. 43. 10.1016/j.ceramint.2016.09.150.
37. Biswas, Papiya., Chakravarty, Dibyendu., Buchi Suresh, Madireddy., et al. Fabrication of Graphite Contamination free Polycrystalline Transparent $MgAl_2O_4$ Spinel by Spark Plasma Sintering using Platinum Foil.//*Ceramics International*. 10.1016/j.ceramint.2016.07.214.
38. Kim, Byung-Nam., Hiraga, Keijiro., Morita, Koji., Yoshida, Hidehiro., et al. (2009). Microstructure and Optical Properties of Transparent Alumina.//*Acta Materialia - ACTA MATER*. 57. 1319-1326. 10.1016/j.actamat.2008.11.010.
39. Kim B.-N., Hiraga K., Morita K., Yoshida H. Effects of heating rate on microstructure and transparency of spark-plasma-sintered alumina // *Journal of the European Ceramic Society*. 2009. – Vol. 29. – Iss. 2. – P. 323–327.
40. Petit J., Dethare Ph., Sergent A., Marino R., Ritti M.-H. Sintering of ox-alumina for highly transparent ceramic applications // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2011. – Vol. 31. – P. 1957–1963.
41. Ashikaga, T., Kim, B. N., Kiyono, H., Suzuki, T. S. (2018). Effect of crystallographic orientation on transparency of alumina prepared using magnetic alignment and SPS. //*Journal of the European Ceramic Society*, 38(7), 2735-2741. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.02.006>
42. Lallemand, Lucile., Fantozzi, Gilbert., Garnier, Vincent., Bonnefont, Guillaume. (2012). Transparent Polycrystalline Alumina Obtained by SPS: Green Bodies Processing Effect. //*Journal of the European Ceramic Society*. 32. 2909–2915. 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.02.041.
43. Galusek Dušan., Sedláček Jaroslav., Chovanec Jozef., Micháľková Monika. The influence of MgO , Y_2O_3 and ZrO_2 additions on densification and grain growth of submicrometre alumina sintered by SPS and HIP. //*Ceramics International*. 41. 10.1016/j.ceramint.2015.04.038,- (2015).

44. Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. – Новосибирск: Наука. Сиб. предприятие РАН, 1999. – 470 с.
45. Рощина Т.М. Адсорбционные явления и поверхность. // Соросовский образовательный журнал. – 1998. – № 2. – С. 89–94. + Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. – Новосибирск: Наука. Сиб. предприятие РАН, 1999. – 470 с.
46. Борен К., Хафмен Д. Поглощение и рассеяние света малыми частицами. Пер. с англ. – М.: Мир, 1986
47. Л. Н. Мони́на. Рентгенография. Качественный рентгенофазовый анализ : учебное пособие; Министерство образования и науки Российской Федерации, Тюменский государственный университет, Институт химии. — Тюмень : Издательство Тюменского государственного университета, 2016 — 120 с.
48. Штольц А.К., Медведев А.И., Курбатов Л.В Рентгеновский фазовый анализ//микронапряжений и размера областей когерентного рассеяния в поликристаллических материалах: Методические указания к лабораторным работам. - Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2005. - 23 с.
49. Шеин, Е. А. Устройство и принцип работы рентгеновского дифрактометра общего назначения. Фазовый анализ: методические указания к лабораторной работе / Е. А. Шеин; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург: ОГУ, 2013 – 26 с.
50. Скотникова М.А., Мартынов М.А. Практическая электронная микроскопия в машиностроении: Монография.- СПб: - Изд-во ПИМаш, 2005.- 92 с.
51. Скотникова М.А., Мартынов М.А. Практическая электронная микроскопия в машиностроении: Монография.- СПб: - Изд-во ПИМаш, 2005.- 92 с. + Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. Москва. Техносфера. 2006. С. 256
52. Болдин М.С. Электронное учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород:Нижегородский госуниверситет, 2012 – 59 с.
53. Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков. Учебное пособие. / Григорьев Е.Г., Калинин Б.А. – Москва: МИФИ, 2008. 152 с.

54. Данилина, Е.И. Спектрофотометрический анализ: учебное пособие для лабораторных работ / Е.И. Данилина. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2011 – 34 с.
55. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. от 02.12.2019).
56. ГОСТ 12.2.032-78. ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
57. ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
58. ГОСТ 12.0.003-2015. ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация (дата введения: 01.03.2017).
59. ГОСТ 12.1.005-88. ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (дата введения: 01.01.1989).
60. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений (утв. Постановлением Госкомсанэпиднадзора РФ от 1 октября 1996 г.).
61. ГОСТ 12.1.003-2014. ССБТ. Шум. Общие требования безопасности (дата введения: 01.11.2015).
62. ГОСТ 12.1.029-80. ССБТ. Средства и методы защиты от шума. Классификация (дата введения: 01.07.1981).
63. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки (утв. Постановлением Госкомсанэпиднадзора РФ от 31 октября 1996 г.).
64. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий (дата введения: 15.06.2003).
65. СП 52.13330.2016. *Естественное и искусственное освещение*. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95* (дата введения: 08.05.2017).
66. ГОСТ 12.1.019-2017. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (дата введения: 01.01.2019).

67. ГОСТ 12.1.038-82. ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов (дата введения: 01.07.1983).
68. ГОСТ 12.4.011-89. ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация (дата введения: 01.07.1990).
69. ГН 2.2.5.3532-18. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны (утв. Постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 13.02.2018 № 25).
70. ГН 2.1.6.3492-17. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений (утв. 22.12.2017, с изменениями на 31.05.2018).
71. ГН 2.1.5.1315-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования (утв. 30.04.2003, с изменениями на 13.07.2017).
72. Федеральный закон «О внесении изменений в Федеральный закон "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности"» от 10.07.2012 № 117-ФЗ.
73. ВНЭ 5-79. Правила пожарной безопасности при эксплуатации предприятий химической промышленности (утв. Министерством химической промышленности 25 июля 1979 г.).

ПРИЛОЖЕНИЕ

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕТОПРОПУСКАЮЩЕЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ AL₂O₃ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Шуацун Кун, В.Д. Пайгин, С.А. Степанов

Научный руководитель: профессор, д.т.н., О. Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: shuancyun@mail.ru

INFLUENCE OF THE SINTERING TEMPERATURE ON THE OPTICAL PROPERTIES OF TRANSLUCENT CERAMICS BASED ON AL₂O₃ BY SPARK PLASMA SINTERING

Shuangqiong Kong, V.D. Paygin, S.A. Stepanov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. O.L. Khasanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: shuancyun@mail.ru

***Abstract.** Translucent ceramics based on Al₂O₃ were synthesized by spark plasma sintering at different temperatures (1200 – 1600 °C). Optical properties of sintered ceramic samples were investigated. The influence of the sintering temperature on density and optical properties of sintered ceramics has been discussed.*

Введение. На сегодняшний день прозрачная керамика на основе оксида алюминия вызывает интерес в мире и широко используется в различных областях науки и техники. Оксид алюминия обладает высокими физико-механическими свойствами: высокой твердостью и трещиностойкостью, термостойкостью, является диэлектриком, а также способен пропускать электромагнитное излучение в широком диапазоне длин волн [1, 2].

Прозрачная керамика заменяет собой традиционные оптические материалы (монокристаллы и стекла), используется для производства элементов прозрачной брони и новых источников света. Эксплуатация прозрачных керамических материалов, в отличие от используемых в настоящее время стекол, возможна условиях агрессивных сред и высоких температур и давлений [3].

В настоящее время керамику на основе оксида алюминия получают различными методами, среди которых наиболее перспективным является электроимпульсное плазменное спекание (ЭИПС, с англ. Spark plasma sintering) [3-5].

В настоящей работе исследовано влияние температуры электроимпульсного плазменного спекания на светопропускание керамики на основе коммерческого α - Al_2O_3 .

Материал и методы исследования. В качестве исходного материала был использован коммерческий нанопорошок Al_2O_3 (НаноКорунд, Россия). Для перевода в α -фазу порошок отжигался на воздухе при температуре 1300 °С. Характеризацию порошкового материала, после термического отжига, осуществляли методами рентгенофазового анализ (XRD-7000, Shimadzu, Япония), лазерной дифракции (SALD-7101, Shimadzu, Япония), просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ– JEOL, JSM-7500FA, Япония) и БЭТ – (СОРБИ-М, МЕТА, Россия).

Поликристаллические образцы изготовлены на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония) методом электроимпульсного плазменного спекания при различных температурах (1200 - 1600 °С). На установке ЭИПС давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составлялось 100 МПа, скорость нагрева 10 °С/мин. Продолжительность изотермической выдержки на заданной температуре спекания составляла 15 минут.

В результате спекания были получены керамические образцы α - Al_2O_3 цилиндрической формы, высотой 1,79 – 2,18 мм, диаметром ~14 мм,

пропускающие свет. Дальнейшие анализы проводились после механической шлифовки и полировки торцевых поверхностей образцов.

Спектры оптического пропускания керамики были получены на спектрофотометре СФ-56 БИК (ЛОМО, Россия).

Результаты и обсуждения. В результате характеристики перечисленными выше методами установлено, что исходный порошок полностью состоит из α - Al_2O_3 , посторонних примесей не обнаружено, размер частиц находятся в диапазоне от 3,56 мкм до 270,61 мкм. Средний размер частиц составляет 68,98 мкм. Удельная поверхность порошка, рассчитанная по методу БЭТ, составила $9,62 \pm 0,12 \text{ м}^2/\text{г}$.

Результаты измерения плотности и значение светопропускания на длине волны 600 нм ($T_{\lambda=600\text{нм}}$) в зависимости от температуры спекания представлены в таблице 1.

Таблица 1

Влияние температуры ЭИПС на относительную плотность и полное пропускание

Т, °С	ρ , %	Полное пропускание ($T_{\lambda=600\text{нм}}$)
1600	97,63	38,22
1500	94,17	24,42
1400	91,60	0,00
1200	86,47	0,00

Из таблицы видно, что с ростом температуры от 1200°С до 1600°С ЭИПС относительная плотность керамики повышается от 86,47 % до 97,63%. Наибольшей плотностью – 97.63% обладает образец, полученный при температуре 1600 °С.

Светопропускание у образцов изготовленных при температурах 1200 °С и 1400 °С в исследованном диапазоне длин волн практически отсутствует. Это обусловлено их низкой плотностью. На рисунке 1 представлены результаты измерения спектров полного светопропускания для образцов, изготовленных при температурах 1500 °С и 1600 °С, визуально пропускающих свет.

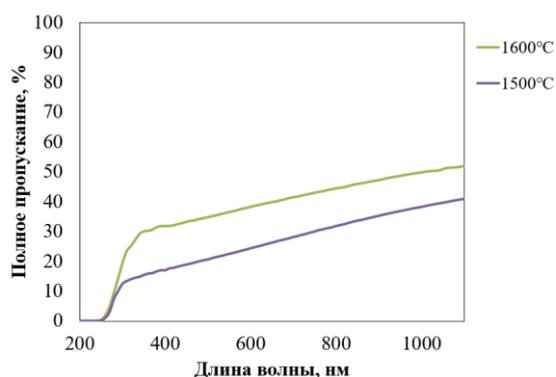


Рис. 1. Спектр полного светопропускания α - Al_2O_3 -керамики, изготовленной при различных температурах спекания

Из рисунка 1 видно, что граница светопропускания керамики лежит в области 250 нм, а его значение возрастает при переходе из видимой области спектра в инфракрасную. Значение величины светопропускания керамик в видимой области спектра представлено в таблице 1. Наибольшее светопропускание наблюдается у образца, изготовленного при температуре 1600 °С.

Заключение. Изучено влияние температуры спекания на светопропускание Al_2O_3 -керамики. Установлено, что в исследованном режиме консолидации, изготовление светопропускающих образцов ($T_\lambda=600$ нм) возможно при температурах 1500 – 1600 °С лежал в диапазоне 0,00% - 38,22%.

Работа выполнена на базе «Нано-Центра» Национально исследовательского Томского политехнического университета; в рамках госзадания № 5.0042.ГЗБ.2020.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Болдин М.С., Сахаров Н.В., Шотин С.В., Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Котков Д.Н., Писклов А.В. // Композиционные керамики на основе оксида алюминия, полученные методом электроимпульсного плазменного спекания для трибологических применений//Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского – 2012. – №6 (1) – С. 32-37.
2. Жолудев Д.С., Григорьев С.С., Панфилов П.Е., Зайцев Д.В.//Обоснование использования керамики на основе оксида алюминия с помощью изучения её механических свойств// Научное обозрение. Медицинские науки. – 2015. – № 1. – С. 174-175.

Введение

Керамика на основе оксида алюминия обладает комплексом высоких оптических и физико-механических свойств: высокой твердостью, трещиностойкостью термической, химической и коррозионной стойкостью, что обуславливает применение этого материала в различных областях науки и техники [1 - 3].

Прозрачную керамику из оксида алюминия получают различными способами, среди которых наиболее перспективным является метод электроимпульсного плазменного спекания (SPS). Продолжительность синтеза этим способом не превышает десятков минут, что приводит к минимизации роста зёрен, размеры которых определяются размерами частиц исходного порошка. Метод SPS обеспечивает равномерное распределение плотности в объеме спекаемого материала и формирование совершенных межзеренных границ, что позволяет получить качественные изделия с комплексом высоких оптических и физико-механических свойств [3 - 6].

Цель данной работы является исследование процессов SPS-спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия при разных температурах спекания.

Для изготовления светопропускающей керамики был использован нанопорошок Al_2O_3 (НаноКорунд, Россия). Для перевода в α -фазу порошок отжигался на воздухе при температуре 1300 °С. Консолидацию керамики проводили на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония). Давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составлялось 100 МПа. Процесс исследования проводился в диапазоне температур 1200 - 1600 °С. Скорость нагрева составлялось 10 °С/мин. Поставили давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме 100 МПа. Продолжительность изотермической выдержки на заданной температуре спекания составляла 15 минут. Изменение линейных размеров керамического материала в процессе спекания регистрировалось встроенными средствами технологического оборудования.

На рисунке 1 представлена зависимость изменения плотности Al_2O_3 керамики от температуры в процессе SPS-спекания. Видно, что при температурах 600 - 1100 °С происходит увеличение линейных размеров спекаемого материала, обусловленное процессами термического расширения. В диапазоне температур от 1100 °С до 1600 °С протекает процесс спекания, сопровождающееся интенсивной усадкой, уменьшением пористости и линейных размеров консолидируемого материала. По достижению температуры 1600 °С спекание не завершается до конца, о чем свидетельствует усадка материала, продолжающаяся в ходе изотермической выдержки.

В связи с этим актуальным является проведение дополнительных оптимизационных исследований для получения керамики с плотностью близкой к теоретической (3,99 г/см³).

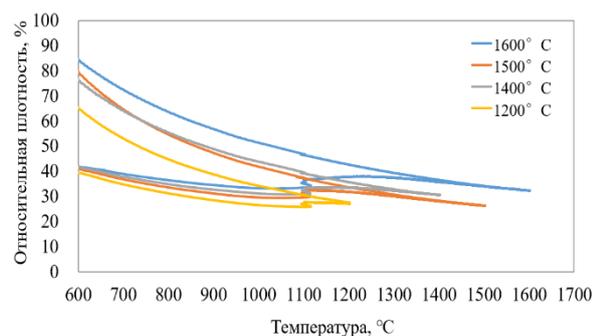


Рис. 1. Изменение относительной плотности Al_2O_3 – керамики в процессе электроимпульсного плазменного спекания при различных температурах

В таблице 1 представлены результаты измерения плотности полученной керамики. Образцы, изготовленные при температурах ниже $1500\text{ }^\circ\text{C}$, по визуальной оценке, не пропускали видимый свет.

Таблица 1. Результаты измерения плотности образцов светопропускающей Al_2O_3 -керамики

T, $^\circ\text{C}$	$\rho, \text{г/см}^3$	$\rho, \%$	Отн. усадка, %
1600	3,81	95,52	66,17
1500	3,79	95,06	72,35
1400	3,71	92,98	69,19
1200	3,44	86,21	70,04

Наблюдается линейная зависимость плотности от температуры спекания, что представляется достаточно очевидным. С увеличением температуры спекания от $1200\text{ }^\circ\text{C}$ до $1600\text{ }^\circ\text{C}$ плотность керамики увеличивается с $86,21\%$ до $95,52\%$.

Таким образом, поиск оптимальных режимов спекания светопропускающей керамики на основе $\alpha\text{-}Al_2O_3$ с плотностью близкой к теоретической целесообразно проводить в диапазонах температур от 1500 до $1700\text{ }^\circ\text{C}$.

Благодарности

Исследование выполнено на базе «Нано-Центра» Национально исследовательского Томского политехнического университета; Анализ процессов усадки в ходе SPS-спекание выполнен при частичной поддержке ГЗ «Наука» № 11.7700.2017/БЧ.

Литература

1. Makoto Nanko, Khanh Quoc Dang / Pulsed Electric Current Sintering of Transparent Alumina Ceramics, Sintering //Techniques of Materials, Arunachalam Lakshmanan, IntechOpen, DOI: 10.5772/59170.
2. Munir Z.A. Electric current activation of sintering: a review of the pulsed electric current sintering process / Munir Z.A., Quach D.V. // J. Am. Ceram. Soc. – 2011. – Vol. 94 – № 1 – P. 1-19.
3. Gao Lian, Gong Bendashu. J Inorg Mater (in Chinese), 1997, 12(2): 129-133
4. Munir Z.A., Quach D.V. / Electric current activation of sintering: a review of the pulsed electric current sintering process // J. Am. Ceram. Soc. – 2011. – Vol. 94 – № 1 – P.

5. Гегузин Я.Е. Физика спекания / Гегузин Я.Е. – 2-е изд., перераб. и доп. – Москва: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1984. – 312 с.
6. Григорьев Е.Г., Калинин Б.А. / Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков. Учебное пособие. // Москва: МИФИ, 2008. 152 с.

Уважаемые авторы!

Ваш доклад «Шуацон Кун, В.Д. Пайгин Исследование процессов электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия» принят для участия в работе 17-ой Российской научной студенческой конференции по физике твердого тела “ФТТ-2020”.

В связи с неблагоприятной эпидемиологической ситуацией, вызванной распространением новой коронавирусной инфекции (COVID-2019) и отменой всех массовых мероприятий конференция “ФТТ-2020” будет проводиться в заочной форме, которая подразумевает издание сборника тезисов конференции и регистрацию его в системе РИНЦ.

С уважением,

секретарь конференции



В.А. Новиков