

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

Институт физики высоких технологий

Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов

Кафедра Материаловедение в машиностроении

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Применение методики индентирования в исследовании физико-механических свойств конструкционной циркониевой керамики

УДК 666.762.5-02

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович		

Руководитель

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

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Меньшикова Е.В.	К.Ф.Н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Раденков Т.А.			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

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

Томск – 2017 г.

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

Код результата	Результат обучения
<i>Профессиональные компетенции</i>	
Р1	Использовать <i>глубокие</i> естественнонаучные и математические знания и современные представления наук о материалах для понимания проблем направления "Материаловедение и технологии материалов".
Р2	Умение применять современные информационно-коммуникационные технологии, глобальные информационные ресурсы в научно-исследовательской и расчетно-аналитической деятельности в области материаловедения и технологии материалов.
Р3	Умение применять основы высокотехнологичного инновационного менеджмента, в том числе малого бизнеса, владеть навыками в организации и техническом оснащении рабочих мест; разработке оперативных планов работы первичных производственных подразделений.
Р4	<i>Планировать</i> и проводить аналитические, имитационные и экспериментальные исследования конструкционных материалов, материалов медицинского назначения, объемных и наноматериалов на основе порошков и изделий из них, включая стандартные и сертификационные испытания материалов; внедрять, <i>эксплуатировать</i> и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, самостоятельно проектировать и использовать технологические процессы для их получения.
Р5	Формулировать новую исследовательскую задачу на основе возникающих проблем, вносить оригинальный вклад в области науки, техники и технологии, связанные с получением и исследованием конструкционных материалов, материалов медицинского назначения, объемных и наноматериалов на основе порошков; Умение использовать на практике современные представления наук о материалах при анализе влияния микро- и нано масштаба на механические, физические, поверхностные и другие свойства материалов.
<i>Универсальные компетенции</i>	
Р 6	Комплексно оценивать и прогнозировать тенденции и последствия развития науки в области изготовления, диагностики и применения новых материалов, применяя знание внутри- и междисциплинарных связей в сфере профессиональной деятельности
Р 7	Владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности.
Р 8	<i>К педагогической деятельности;</i> эффективно работать в качестве члена и руководителя группы, состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы с учетом вопросов безопасности и здравоохранения, юридических аспектов.
Р 9	<i>Самостоятельно учиться</i> и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности

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

Институт физики высоких технологий
Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Материаловедение в машиностроении

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. кафедрой

_____ Панин С. В.

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович

Тема работы:

Применение методики индентирования в исследовании физико-механических свойств конструкционной циркониевой керамики

Утверждена приказом директора ИФВТ

Приказ № 2048/с от 23.03.2017

Срок сдачи студентом выполненной работы:

16.06.2017

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

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

Объектом исследования является керамика на основе ZrO_2 . Исследуются структура и физико-механические свойства спеченной керамики, в том числе и обработанной в азотсодержащей плазме тлеющего газового разряда, рассмотрены вопросы социальной ответственности, проведен экономический анализ производства изделий из исследованной керамики.

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов

(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

– Аналитический обзор по теме исследования.

– Изучение процессов порошковой технологии.

– Активирование процессов спекания керамики на основе оксида.

<i>работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	<ul style="list-style-type: none"> – Изучение структуры, свойств и керамики на основе ZrO_2 с применением методики наноиндентирования. – Заключение по работе.
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	– Презентация в формате Power Point в количестве 22 слайдов

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
<i>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</i>	<i>Меньшикова Е.В., доцент кафедры Менеджмента, НИ ТПУ</i>
<i>Социальная ответственность</i>	<i>Раденков Т.А., ассистент кафедры экологии и безопасности жизнедеятельности, НИ ТПУ</i>

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

1. Обзор литературы (русский язык)
2. Объект и методы исследования (русский язык)
3. Результаты проведенного исследования (русский язык)
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение (русский язык)
5. Социальная ответственность (русский язык)

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	9.02.2017
---	-----------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ст. преподаватель	Матренин С.В.	к.т.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа бакалавра содержит 104 страниц, 29 рисунков, 30 таблицы, 35 источников.

Ключевые слова: нанопорошок, гранулометрический состав, механическая активация, активированное спекание, наноиндентирование.

Объектом исследования являются плазмохимические керамические нанопорошки, содержащие $ZrO_2 - 5\%$ Y_2O_3 , 76% $ZrO_2 - 19\%$ $Al_2O_3 - 1\%$ Y_2O_3 , 80% $Al_2O_3 - 19\%$ $ZrO_2 - 1\%$ Y_2O_3 и спеченные образцы, спрессованные из данных порошков.

Цель работы – исследование возможности применения методики наноиндентирования и скрэч-тестинга для изучения физико-механических свойств конструкционной циркониевой керамики.

В результате исследования было подтверждено, что методика наноиндентирования и скрэч-тестинга является эффективным средством оценки физико-механических характеристик спеченных керамических материалов, обладающим высокой степенью достоверности результатов.

Оптимальным сочетанием жесткости, твердости и прочности обладает керамическая композиция доэвтектического состава 80% $Al_2O_3 - 19\%$ $ZrO_2 - 1\%$ Y_2O_3 , уровень свойств которой превосходит характеристики промышленной режущей микролитовой керамики.

Степень внедрения - результаты НИР будут использованы в ряде учебных дисциплин по направлению ООП 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов.

Области применения: химическая и авиакосмическая промышленность, машиностроение, металлургия, электротехническая промышленность, радиоэлектроника.

Экономическая эффективность/значимость работы:

Экономическая эффективность/значимость работы - данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то

интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным.

Abstracts

The bachelor's final qualification work contains 104 Pages, 29 Drawings, 30 Tables, 35 Sources.

Key words: nanopowder, granulometric composition, mechanical activation, activated sintering, nanoindentation.

The object of the study is plasma-chemical ceramic nanopowders containing ZrO₂ - 5% Y₂O₃, 76% ZrO₂ - 19% Al₂O₃ - 1% Y₂O₃, 80% Al₂O₃ - 19% ZrO₂ - 1% Y₂O₃ and sintered samples pressed from these powders.

The aim of the work is to study the possibility of using the nanoindentation and scratch-testing techniques to study the physical and mechanical properties of structural zirconium ceramics.

As a result of the study, it was confirmed that the nanoindentation and scratch test method is an effective tool for evaluating the physico-mechanical characteristics of sintered ceramic materials with a high degree of reliability of results.

The ceramic composition of the pre-eutectic composition 80% Al₂O₃ - 19% ZrO₂ - 1% Y₂O₃ possesses an optimal combination of hardness, hardness and strength, the level of properties of which exceeds the characteristics of industrial cutting microlith ceramics.

Degree of implementation - the results of research will be used in a number of academic disciplines in the direction of the PLO 22.03.01 Materials Science and Materials Technology.

Areas of application: chemical and aerospace industry, machine building, metallurgy, electrotechnical industry, radio electronics.

Economic efficiency / significance of work:

Economic efficiency / significance of the work - this project is only a scientific development and the beginning of the study, it is impossible to calculate the integral financial indicator of the development.

Оглавление

	С.
Введение.....	11
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	13
1.1 Керамика на основе ZrO_2 . Структура и механические свойства...	13
1.2 Керамика на основе ZrN	27
1.3 Современные технологии оксидных керамик.....	28
1.3.1 Получение исходных порошков.....	28
1.3.2 Способы формования оксидных порошков.....	31
1.3.2.1 Холодное прессование в закрытых пресс-формах.....	33
1.3.2.2 Горячее прессование.....	34
1.3.2.3 Гидростатическое прессование.....	37
1.3.3 Спекание оксидных керамик.....	38
1.4 Методы активированного спекания.....	44
2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ, МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ.....	46
3 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА.....	49
4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	61
4.1 Предпроектный анализ.....	61
4.1.1 Практическая значимость.....	61
4.1.2 Потенциальные потребители результатов исследования.....	62
4.1.3 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	62
4.1.4 SWOT-анализ.....	64
4.1.5 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	69
4.2 Инициация проекта.....	70
4.3 Планирование управления научно-техническим проектом.....	72
4.3.1 Иерархическая структура работ проекта.....	72

4.3.2	Контрольные события проекта.....	73
4.3.3	План проекта.....	74
4.3.4	Бюджет научного исследования.....	75
4.4	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	80
4.4.1	Оценка сравнительной эффективности исследования.....	80
5	СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	84
5.1	Анализ вредных факторов.....	84
5.1.1	Микроклимат на рабочем месте.....	84
5.1.2	Шум на рабочем месте.....	86
5.1.3	Вибрация на рабочем месте.....	87
5.1.4	Вредные вещества.....	87
5.1.5	Освещение на рабочем месте.....	88
5.2	Анализ опасных факторов.....	89
5.2.1	Механические опасности.....	89
5.2.2	Электрическая безопасность.....	91
5.2.3	Пожарная безопасность.....	92
5.2.4	Охрана окружающей среды.....	93
5.2.5	Защита в чрезвычайных ситуациях.....	94
5.3	Организационные мероприятия.....	96
	Заключение.....	99
	Список используемых источников.....	101

Обозначения и сокращения

НП – нанопорошок

УДП – ультрадисперсный порошок

ПХС – плазмохимический синтез

КМЦ – карбооксиметилцеллюлоза

Введение

Керамика на основе диоксида циркония является весьма перспективным конструкционным и функциональным материалом. Наиболее распространенными методами получения прочной керамики являются методы порошковой технологии. Компактирование можно проводить различными методами. Тем не менее, широкому практическому распространению циркониевой керамики препятствуют сложность и низкая производительность технологий горячего прессования, и, с другой стороны, невысокий уровень механических свойств керамики, получаемой прессованием с последующим спеканием. Поэтому проблема активирования процессов консолидирования керамики имеет важное практическое значение.

Оценка механических свойств керамических материалов во многих случаях является проблематичной, поскольку она требует тщательного приготовления соответствующих образцов, что представляет отдельную весьма сложную задачу. В связи с этим, поиск и разработка оригинальных технических методик тестирования керамических материалов имеет чрезвычайно важное научное и практическое значение.

Индентирование является относительно простым, оперативным и, в сущности, неразрушающим способом испытания материалов. Метод позволяет проводить измерения в весьма малых объемах, что делает его особенно привлекательным для определения механических свойств отдельных фаз, гонких пленок, слоев деталей, подвергшихся поверхностному воздействию, и т. п.

В 1925 году Смит и Сандланд в качестве индентора применили алмазную пирамидку с квадратным основанием, ныне известную как индентор Виккерса, индентор, пожалуй наиболее широко используемый в научных исследованиях. После появления этой ставшей стандартной методики, многие ученые работали над задачей получения из твердости

других механических характеристик. В середине XX в. особенно много сделали в этой области Тейлор, а из отечественных ученых Марковец.

В 70-х годах появляется новый способ измерения твердости, так называемый "continuous-depth-sensing indentation testing" (DSI), который исключил субъективизм при измерении отпечатка, предоставил значительно больше информации и обеспечил больший контроль над процессом индентирования. Первоначально соответствующее оборудование разрабатывалось отдельными исследователями для своих специфических нужд, прежде всего для измерения свойств тонких пленок. DSI твердость рассчитывалась так же, как и твердость по Виккерсу, только площадь определялась не из диагонали отпечатка, а из заглубления индентора. Несмотря на, казалось бы, однозначное геометрическое соотношение между высотой и диагональю соответственного сечения пирамидки, значения твердостей, измеренные этими двумя способами, расходилась иногда в несколько раз, и между ними строились специальные корреляционные зависимости.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Керамика на основе ZrO_2 . Структура и механические свойства.

Повышенная хрупкость керамики ограничивает ее применение в конструкционных изделиях, и на преодоление этого недостатка направлены многочисленные разработки исследователей. [1]

Цирконий формирует с кислородом устойчивое соединение ZrO_2 . При кое-каких условиях вероятно образование малоустойчивых соединений с недостатком кислорода, резко различающихся по своим свойствам от диоксида циркония. Диоксид циркония обладает высокой химической инертностью по отношению к кислотам и щелочам, а также к расплавам щелочей, стекол и к расплавленным металлам. Исключение составляют H_2SO_4 и HF , с которыми ZrO_2 взаимодействует [2].

Диоксид циркония имеет полиморфизм. ZrO_2 существует в трех модификациях – моноклинной, тетрагональной и кубической:



Моноклинная модификация, устойчивая при низких температурах, при нагреве до температуры около $1200^\circ C$ переходит в тетрагональную форму, устойчивую лишь при высоких температурах. Этот переход сопровождается объемным сжатием на 7,7%. При охлаждении до температуры ниже $1000^\circ C$ происходит обратный переход в моноклинную модификацию, а также соответственно повышение объема и снижение плотности.

Модификационное превращение ZrO_2 происходит с разрывом существующих связей в решетке. Оно протекает сравнительно медленно, и температура перехода точно не фиксируется. При наличии примесей, оказывающих буферное действие на перестройку решетки, температурный

интервал перехода расширяется на 50-100°C в сторону понижения температуры.

Моноклинная ZrO_2 имеет следующие параметры кристаллической решетки: $a=0,517$ нм, $b=0,526$ нм, $c=0,530$ нм, $\beta=80^\circ 8'$. Плотность ZrO_2 в моноклинной модификации $5,56$ г/см³ (пикнометрическая), твердость по минералогической шкале 6,5. Температура плавления ZrO_2 – 2700 °С и несколько колеблется в зависимости от содержания примесей. Температура кипения ZrO_2 – 4300 °С. Упругость паров, определяющая степень летучести вещества, для ZrO_2 невелика: при 2000°C она составляет 80 Па, при 3000°C – $2,14$ кПа. Теплота образования из элементов $348,4$ кДж/моль, теплота сублимации $741,1$ кДж/моль, энтропия $50,4$ Дж/(моль·°С). Удельная теплоемкость при нормальных условиях 5 кДж/(кг·°С). Тетрагональная ZrO_2 имеет кристаллическую решетку, близкую к типу флюорита.

Отношение длин осей элементарной ячейки $a:c$ в тетрагональной модификации составляет $1,018$, т.е. приближается к кубической, поэтому тетрагональную модификацию иногда называют псевдокубической. Параметры решетки тетрагональной ZrO_2 : $a=0,5074$ нм, $c=0,5160$ нм. Истинная плотность (рентгенографическая) $6,10$ г/см³. Область существования 1000 - 2300°C [2].

Кубическая ZrO_2 образуется при 2300 °С без заметных объемных изменений и является обратимой формой. Кубическая форма в охлажденном ZrO_2 не встречается и практического значения в технологии не получила. Полиморфизм ZrO_2 можно наглядно наблюдать на экспериментальных дилатометрических (расширение – сжатие) кривых, так как температурные области прямого и обратного переходов при нагревании и охлаждении не совпадают (рисунок 1).

Ход термического расширения чистого диоксида циркония представляет собой своеобразную петлю. Для сравнения приведены кривые расширения-сжатия стабилизированного и частично

стабилизированного диоксида циркония. В частично стабилизированном ZrO_2 петля сужается. По мере стабилизации происходит дальнейшее сужение петли.

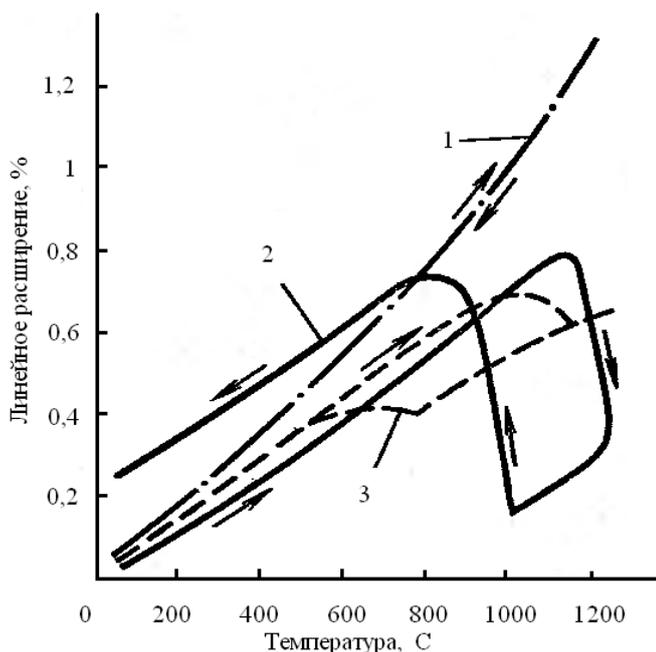


Рисунок 1 - Термическое расширение ZrO_2 : 1 – с- ZrO_2 (стабилизированного), 2 – m- ZrO_2 (нестабилизированного), 3 – ЧСДЦ (частично стабилизированного (стрелками отмечено направление процесса нагревания и охлаждения))

Обратимый характер модификационного превращения ZrO_2 , которое сопровождается переменным сжатием и расширением при обжиге, а также последующим охлаждением, длительное время служил препятствием при производстве изделий из этого оксида. Чтобы устранить растрескивание обожженных изделий, являющееся следствием обратимого перехода одной модификации ZrO_2 в другую, был найден способ, который позволил предотвратить обратный переход нестабильной высокотемпературной тетрагональной модификации ZrO_2 в моноклинную. Этот процесс получил название стабилизации диоксида циркония. Стабилизация диоксида циркония с кристаллохимической точки зрения состоит в том, что кристаллическая решетка ZrO_2 приобретает

прочные устойчивые связи, которые не могут быть разрушены при термообработке вплоть до температуры плавления [2].

Стабилизация ZrO_2 достигается перестройкой тетрагональной решетки в устойчивую при всех температурах кубическую и сопровождается образованием твердых растворов (типа замещения) некоторых оксидов – стабилизаторов ZrO_2 . Такие твердые растворы с ограниченной растворимостью образуют ряд оксидов, ионный радиус катионов которых близок к ионному радиусу Zr^{4+} . Наибольшее применение в качестве стабилизатора получили CaO , MgO , Y_2O_3 . Ионные радиусы, нм, равны: $Ca^{2+} - 0,106$; $Mg^{2+} - 0,078$; $Zr - 0,087$; $Y - 0,106$.

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

Стабилизированный оксид циркония, представляющий собой твердый раствор стабилизирующего оксида в ZrO_2 и имеющий кристаллическую решетку кубической формы, обычно называют кубическим ZrO_2 . Однако следует помнить, что это не чистый диоксид циркония. Практически для стабилизации ZrO_2 применяют чистые оксиды CaO , MgO , Y_2O_3 , однако допустимо вводить соответствующий катион через соли ($CaCO_3$ и др.).

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

распаду. Принято считать, что диоксид циркония, стабилизированный CaO и Y₂O₃, менее склонен к дестабилизации, чем стабилизированный MgO [2].

Механизм стабилизации ZrO₂ при введении CaO и MgO различен. Твердые растворы в системе ZrO₂ – CaO образуются в две стадии. Сначала при температуре около 1000°C появляется цирконат кальция CaZrO₃. Затем при дальнейшем повышении температуры цирконат кальция взаимодействует с основной массой ZrO₂, в результате возникает твердый раствор CaO в ZrO₂. В системе ZrO₂ – MgO твердые растворы образуются непосредственно при взаимодействии ZrO₂ и MgO, минуя промежуточную стадию реакции. Образование твердых растворов MgO в ZrO₂ начинается при 1100-1200°C и практически заканчивается при 1500°C. Для полного завершения процесса стабилизации, независимо от вида стабилизирующей добавки, так называемый стабилизирующий обжиг производят при 1700-1750°C. Полная стабилизация ZrO₂ при этой температуре обжига достигается при добавке 10 % (мол.) CaO или MgO или 8% (мол.) Y₂O₃. Если для стабилизации вводят избыток CaO, то может образоваться избыточное количество CaZrO₃, не вошедшего в твердый раствор, и это приведет к некоторому ухудшению свойств изделия.

Примеси, находящиеся в техническом диоксиде циркония, связывают некоторое количество стабилизатора и также способствуют дестабилизации диоксида циркония. Особенно нежелательны в этом отношении TiO₂, P₂O₅, SiO₂. При распаде твердых растворов в системе ZrO₂ – CaO выделяется цирконат кальция, а в системе ZrO₂ – MgO – свободная MgO. Дестабилизация материала сопровождается его разрыхлением, повышением пористости и снижением всех прочностных характеристик.

Для полной стабилизации технического ZrO₂ требуются повышенные температуры (около 1900°C), а чистый ZrO₂, содержащий минимум (0,5 %) примесей и не содержащий HfO₂, достаточно полно стабилизируется при 1700 - 1750°C, образуя плотный и прочный материал. В наибольшей степени распад твердых растворов происходит в системе

MgO - ZrO₂, в меньшей степени – в системе CaO - ZrO₂ и практически отсутствует в системе Y₂O₃ – ZrO₂. В настоящее время наиболее распространена стабилизация Y₂O₃, иногда в сочетании с CaO. Практически полная стабилизация достигается также при электроплавке ZrO₂ совместно со стабилизатором. Этим методом широко пользуются для получения стабилизированного ZrO₂ в виде порошков разной зернистости, применяемых при изготовлении циркониевых огнеупоров зернистого строения [2].

По Паулингу, предел устойчивости структуры типа флюорита CaF₂, которая соответствует c-ZrO₂, определяется соотношением радиусов катиона и аниона $r_{\text{к}}/r_{\text{а}}=0,732$. В решетке c-ZrO₂ соотношение $r_{\text{к}}/r_{\text{а}}=0,66$, т.е. ионы кислорода находятся в стесненном состоянии. Поэтому c-ZrO₂ существует только при очень высоких температурах, когда значительны тепловые колебания кристаллической решетки. При снижении температуры происходит диффузионный переход c-ZrO₂→t-ZrO₂. Тетрагональный ZrO₂ также имеет структуру типа флюорита. При дальнейшем снижении температуры, когда диффузия практически прекращается, а стесненность ионов кислорода увеличивается, происходит мартенситное превращение t-ZrO₂→ m-ZrO₂ [3].

Расширение кислородной позиции, способствующее созданию устойчивой флюоритовой структуры в широком интервале температур, может быть достигнуто либо замещением части ионов Zr⁴⁺ на ионы большего радиуса (Ce⁴⁺, Th⁴⁺), либо созданием вакансий в анионной подрешетке путем замещения Zr⁴⁺ ионами меньшей валентности (Mg²⁺, Ca²⁺, Y³⁺, Sc³⁺). Малые размеры ионного радиуса, например 0,78Å для Mg²⁺, менее благоприятны для устойчивости таких твердых растворов. При стабилизации ZrO₂ оксидами магния и кальция ион Mg²⁺(Ca²⁺) занимает место Zr⁴⁺ в катионной подрешетке, неся в нее отрицательный заряд 2-. Одновременно в анионной подрешетке образуется кислородная

вакансия, имеющая положительный заряд $2+$. Примесный ион и вакансия притягиваются друг к другу, образуя достаточно устойчивый комплекс ($\text{Mg}''_{\text{Zr}}\text{V}''_{\text{O}}$). Если оксидом-стабилизатором является Y_2O_3 , то для создания одной кислородной вакансии необходимо ввести два иона Y^{3+} в катионную подрешетку. В этом случае образуется сложный комплекс ($\text{Y}'_{\text{Zr}}\text{V}''_{\text{O}}\text{Y}'_{\text{Zr}}$), в котором два иона иттрия связаны с одной кислородной вакансией. Подобные комплексы при механическом нагружении материала могут вести к неупруго релаксации посредством диффузии в энергетически выгодные позиции и к дополнительной устойчивости флюоритовой структуры. Следует отметить, что не все вакансии в анионной подрешетке связаны с примесными ионами в подобные комплексы и также сами комплексы при повышенных температурах становятся неустойчивыми. Поэтому циркониевые керамики отличаются от других тугоплавких оксидов хорошей ионной проводимостью, которая реализуется путем перескакивания ионов кислорода в несвязанные вакансии. При повышении температуры число несвязанных вакансий резко увеличивается и проводимость повышается. Этот факт нашел широкое практическое применение, в частности при изготовлении электронагревателей и твердых электролитов на основе ZrO_2 .

Таким образом, оптимальные условия стабилизации ZrO_2 соответствуют сочетанию трехвалентности вводимого катиона и достаточной близости его радиуса с радиусом $\text{Zr}^{4+}(0,87\text{Å})$. Это положение оправдывается на примере стабилизации ZrO_2 оксидом иттрия ($\text{Y}^{3+}, 1,06\text{Å}$) и оксидами РЗМ. Помимо достижения устойчивости флюоритовой структуры, добавки Y_2O_3 и CeO_2 устойчивы к испарению и позволяют значительно расширить область гомогенности тетрагонального твердого раствора ZrO_2 , что делает возможным получение спеченной керамики, имеющей в своем составе более 90% t -

ZrO₂, которая является наиболее перспективной из всех циркониевых керамик [3].

На рисунке 2 приведена равновесная диаграмма состояния системы ZrO₂ - Y₂O₃. Следует отметить, что практически соотношение фаз, соответствующее приведенной диаграмме, не реализуется вследствие очень низкой диффузии ионов Zr⁴⁺, Y³⁺, O²⁻. Высокотемпературные фазы при определенных добавках Y₂O₃ и режимах охлаждения могут существовать при низких температурах без распада. Линия T₀ представляет собой геометрическое место температур, при которых свободные энергии *m*-ZrO₂ и *t*-ZrO₂ одинаковы. Приведенные интервалы температур весьма условны и очень сильно зависят от скорости охлаждения твердого раствора и размера зерна.

Помимо образования твердых растворов на основе ZrO₂ в производстве высокопрочных керамик используется другой способ стабилизации высокотемпературной модификации *t*-ZrO₂. После спекания механической смеси Al₂O₃ - ZrO₂ (рис.3.) с объемным содержанием ZrO₂ менее 20% образуется жесткая корундовая матрица, удерживающая дисперсные включения *t*-ZrO₂. Это обусловлено высоким модулем упругости корунда меньшим по сравнению с ZrO₂ тепловым расширением, вследствие чего частицы *t*-ZrO₂ находятся в поле сжимающих напряжений и остаются стабильными после охлаждения спеченного материала [3].

Стабильность частиц *t*-ZrO₂ зависит также от их размера: нелегированные зерна *t*-ZrO₂ в корундовой матрице превращаются в *m*-ZrO₂ при 20°C, если их размер превышает 0,6мкм. Более крупные зерна превращаются при повышенных температурах по сравнению с мелкими.

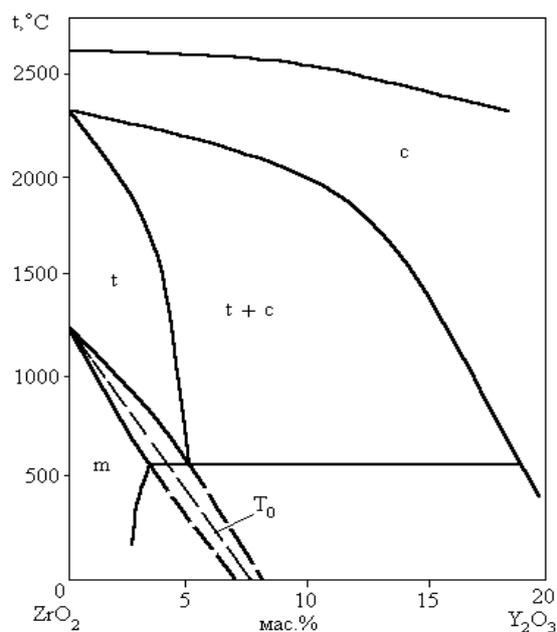


Рисунок 2 - Диаграмма состояния системы $ZrO_2 - Y_2O_3$: T_0 - температура перехода $m-ZrO_2 \leftrightarrow t-ZrO_2$

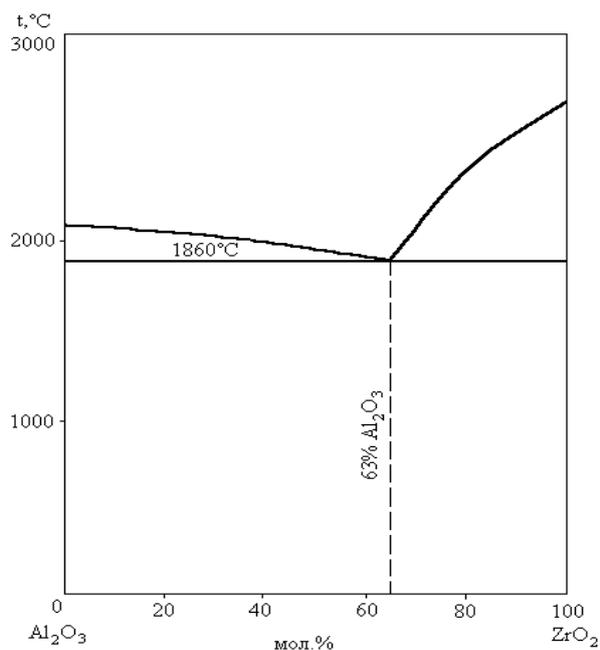


Рисунок 3 - Диаграмма состояния системы $Al_2O_3 - ZrO_2$

Кроме корундовой матрицы возможно использование других материалов, например нитрида кремния, муллита, MgO , но максимальный прочностной эффект показывает система 85% Al_2O_3 - 15% ZrO_2 . Очень важным здесь является практически полное отсутствие взаимной растворимости компонентов, что исключает появление в материале промежуточных нежелательных фаз.

Свойства изделий из спеченного ZrO_2 связаны со степенью стабилизации, видом и количеством введенного стабилизатора. Именно поэтому приводимые в литературе данные сильно отличаются между собой, и, рассматривая их, надо всегда иметь в виду условия, и степень стабилизации [3].

Спеченный ZrO_2 обладает очень большой прочностью при нормальных температурах и, что особенно важно, сохраняет высокую прочность до 1300 - 1500°C. Это свойство ZrO_2 позволяет использовать его как конструкционный материал для работы при высоких температурах.

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

Теплота образования ZrO_2 равна 1,08 МДж/моль. Удельная теплоемкость повышается с температурой и составляет:

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

Теплопроводность ZrO_2 значительно ниже, чем теплопроводность всех других окисных материалов. Небольшая теплопроводность – особенность ZrO_2 , позволяющая использовать этот материал для высокотемпературной изоляции. Теплопроводность ZrO_2 при низких температурах значительно меньше, чем у других оксидов. С повышением температуры теплопроводность всех оксидных материалов снижается, а теплопроводность ZrO_2 остается почти постоянной, повышаясь лишь незначительно.

Коэффициент линейного расширения ZrO_2 сравнительно высок. При нормальной температуре он составляет около $(5-6) \cdot 10^{-6}$, а при 1500°C до $(11-11,5) \cdot 10^{-6}$. С повышением степени стабилизации и плотности материала этот коэффициент возрастает [4].

Низкая теплопроводность и сравнительно высокий коэффициент линейного расширения обуславливают низкую термостойкость изделий. Термостойкость циркониевых изделий может быть значительно повышена, если в состав масс ввести добавки (10 - 15 %) моноклинного ZrO_2 , обладающего более низким коэффициентом. В этом случае благодаря наличию ZrO_2 различных модификаций, обладающих разными коэффициентами линейного расширения, образуются микротрещины, способствующие более свободному смещению зерен при изменении температуры. Повышенной термостойкостью обладают изделия, изготовленные из электроплавленного диоксида циркония.

Температура начала деформации под нагрузкой изделий из ZrO_2 очень высокая. Для изделий плотной спекшейся структуры, изготовленных из особо чистого ZrO_2 она составляет 2400-2450°C, а из технического оксида – примерно 2200°C.

Диоксид циркония в отличие от других оксидов (Al_2O_3 , MgO , BeO и др.) не является хорошим изолятором. Уже при умеренных температурах (1000 - 1200°C) изолирующие свойства ZrO_2 теряются.

Твердые растворы диоксида циркония со стабилизирующими оксидами RO и R_2O_3 обладают ионной (кислородоанионной) проводимостью благодаря образованию кислородных вакансий при замещении ионов Zr^{4+} ионами R^{2+} и R^{3+} . По мере увеличения нарушений стехиометрии при повышенных температурах и в вакууме проводимость увеличивается. Максимум электропроводности приходится на состав, при котором достигается полная стабилизация. Проводимость снижается при повышении содержания примесей и при явлениях дестабилизации [4].

Анионный характер проводимости твердых растворов ZrO_2 позволяет использовать его в качестве твердых электролитов для работы при высоких температурах. Одна из областей применения – это топливные элементы, в которых температура развивается до 1000 - 1200°C. Керамика из ZrO_2 служит токосъемным элементом в таких высокотемпературных

химических источниках тока. Разработаны и применяются высокотемпературные нагреватели из ZrO_2 для разогрева в печах до $2200^\circ C$. На воздухе изделия из диоксида циркония применяют при высокотемпературных плавках ряда металлов и сплавов. Практически полное отсутствие смачиваемости ZrO_2 сталью и низкая теплопроводность привели к успешному использованию его для футеровки сталеразливочных ковшей и различных огнеупорных деталей в процессе непрерывной разливки стали. В некоторых случаях диоксид циркония применяют для нанесения защитных обмазок на корундовый или высокоглиноземистый огнеупор. Диоксид циркония широко используют с целью изготовления тиглей для плавки платины, титана, родия, палладия, рутения, металлического циркония и др.

Стабилизированный диоксид циркония успешно применяют для высокотемпературной (до $2500^\circ C$) теплоизоляции в самых различных случаях. Благодаря низкой теплопроводности и отличной химической стойкости в сочетании с большой твердостью и прочностью ZrO_2 используют для защиты от коррозии и эрозии деталей ракетных и реактивных двигателей. Некоторое применение ZrO_2 нашел в атомном реакторостроении. Свойство ZrO_2 сохранять большую прочность при высоких температурах позволяет применять его как конструкционный материал.

Возможность получения высокопрочной циркониевой керамики связана с открытием так называемого эффекта трансформационного упрочнения за счет контролируемого фазового перехода $t-ZrO_2 \rightarrow m-ZrO_2$. Сущность этого эффекта вытекает из явления полиморфизма ZrO_2 , возможности стабилизации высокотемпературных t - и c -фаз и мартенситного характера $t \rightarrow m$ - перехода. Практически эффект трансформационного упрочнения реализуется в том случае, когда спеченный материал имеет в своем составе частицы $t-ZrO_2$, способные превращаться в $m-ZrO_2$. Возникающие при нагружении трещины

распространяются в материале до тех пор, пока в их фронте не оказываются частицы $t\text{-ZrO}_2$. Такая частица, находящаяся в сжатом (в корундовой матрице) или в когерентно связанном с матрицей (при преобладании в составе материала $c\text{-ZrO}_2$) состоянии устойчива к $t \rightarrow m$ - переходу даже при низких температурах. Попав в поле напряжений в вершине распространяющейся трещины, частица получает энергию, достаточную для превращения. Таким образом, энергия распространяющейся трещины переходит в энергию $t \rightarrow m$ - перехода и катастрофический рост трещины прекращается [4].

С открытием упрочняющего воздействия фазового $t \rightarrow m$ - перехода циркониевые керамики являются предметом многочисленных исследований. Циркониевые керамики из-за своей способности образовывать путем добавок различных оксидов и применяемых режимов выдержки при спекании и отжига часто обозначаются как «керамические стали». Ниже представлены основные классы циркониевых керамик, их прочностные характеристики и сферы практического применения.

1. Стабилизированный диоксид циркония CSZ (Cubic Stabilized Zirconia, рисунок 4а): кубический твердый раствор на основе ZrO_2 . Для реализации этого материала количество добавки MgO , CaO должно быть более 15-20 мол.%, Y_2O_3 – более 10 мол.%. CSZ имеет низкие прочностные характеристики: $\sigma_{\text{изг}}$ не более 250 МПа и K_{Ic} до 3 МПа $\times\text{м}^{0.5}$ и находит применение как огнеупорный материал, а также в технологии твердых электролитов.

2. Керамика, упрочненная диоксидом циркония ZTC (Zirconia Toughened Ceramic): дисперсные частицы $t\text{-ZrO}_2$ распределены в керамической матрице и стабилизируются сжимающими напряжениями. Наибольшее техническое значение имеют композиции Al_2O_3 - ZrO_2 (ZTA: Zirconia Toughened Alumina рисунок 4б), которые используются, прежде всего, как инструментальные материалы. Оптимальные механические

характеристики достигаются при содержании ZrO_2 около 15 об. %: $\sigma_{изг}$ до 1000 МПа и K_{Ic} до $7 \text{ МПа} \times \text{м}^{0,5}$ [4].

3. Частично стабилизированный диоксид циркония PSZ (Partially Stabilized Zirconia, рисунок 4в). Образуется при добавлении в ZrO_2 оксидов Mg, Ca, Y и др. При спекании в области гомогенности кубической фазы образуются крупные зерна $c-ZrO_2$ (60 мкм). После отжига в двухфазной области появляются тетрагональные частицы, когерентно связанные с кубической фазой. В системах $ZrO_2 - MgO(CaO)$ размер t -частиц должен быть менее 0,25 мкм. В случае огрубления частиц когерентность нарушается и их упрочняющая способность резко падает. Объемное содержание t -фазы составляет около 40 %. PSZ вследствие высокой вязкости (K_{Ic} до $10 \text{ МПа} \times \text{м}^{0,5}$) и прочности ($\sigma_{изг}$ до 1500 МПа) находит очень широкое применение в машиностроении.

4. Тетрагональный диоксид циркония TZP (Tetragonal Zirconia Polycrystals, рисунок 4г). Данный материал реализуется в системах $ZrO_2 - Y_2O_3(CeO)$ и состоит только из стабилизированных тетрагональных зерен. Спекание происходит в области гомогенности t -фазы, затем следует закалка. Диссипация энергии при упрочняющем фазовом превращении в TZP особенно высока и приводит, при оптимальной структуре, к экстремально высоким механическим характеристикам: $\sigma_{изг}$ до 2400 МПа при K_{Ic} около $15 \text{ МПа} \times \text{м}^{0,5}$. При этом TZP обладает высокой ионной проводимостью. В развитых государствах TZP уже прошел испытания в различных областях машиностроения и применяется в производстве изделий конструкционного и инструментального назначения [4].

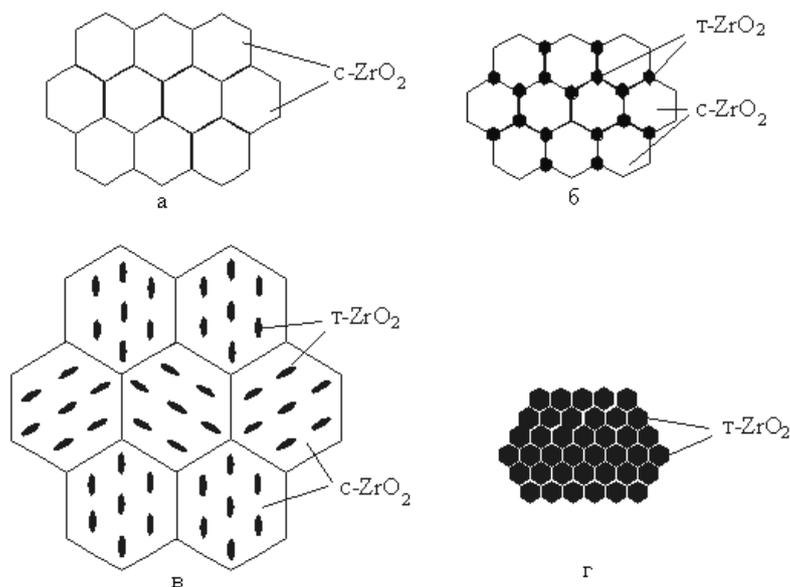


Рисунок 4 - Основные типы структур циркониевых керамик: а – CSZ, б – ZTA, в – PSZ, г – TZP

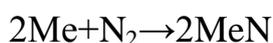
Традиционно керамика на основе ZrO_2 применялась в металлургической промышленности для изготовления тиглей для плавки металлов. Сегодня циркониевая керамика является одним из наиболее перспективных керамических материалов конструкционного и инструментального назначения и используется в технологии получения деталей газотурбинных и дизельных двигателей, узлов трения, уплотнительных колец насосов, элементов запорной арматуры, форсунок распылительных камер, фильер для протяжки проволоки, режущего инструмента. Также керамика на основе ZrO_2 находит применение в медицине для изготовления имплантантов в костные ткани [4].

1.2 Керамика на основе ZrN

Из всех нитридов переходных металлов наибольшее распространение в технике получил ZrN. Так же, как и карбиды, нитриды имеют очень высокие температуры плавления. Твердость нитридов несколько уступает твердости карбидов, например, ZrN имеет микротвердость около 25 ГПа. Причина высокой твердости нитридов, так

же, как и карбидов, обусловлена особенностями структуры фаз внедрения [3].

Нитриды являются синтетическими веществами. Порошки нитридов получают прямым синтезом металла с азотом путем азотирования металлических порошков при соответствующих температурах:



Нитриды получают также путем взаимодействия металлов с аммиаком и другими способами, включая осаждением из газовой фазы.

Основное применение нитриды переходных металлов находят в качестве добавок к специальным сплавам, а так же как материалы для нанесения износостойких покрытий. В инструментальном производстве очень широкое распространение получил способ ионно-плазменного напыления покрытий (Zr, Hf) N на разнообразный режущий инструмент.

ZrN применяется для нанесения покрытий на электроды свечей зажигания ДВС для повышения их эксплуатационных характеристик. Пластины из ZrN применяются в ракетной технике для защиты корпусов ракет и космических кораблей [3].

1.3 Современные технологии оксидных керамик

1.3.1 Получение исходных порошков

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

Измельчение в шаровых вращающихся мельницах. Простейшим аппаратом для измельчения является шаровая вращающаяся мельница, которая представляет собой стальной цилиндрический барабан, внутри которого находятся размольные тела, чаще всего стальные или твердосплавные шары. Важную роль играют скорость вращения мельницы, количество размольных тел и их форма, масса материала, загруженного на измельчение, продолжительность и среда размола [5].

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

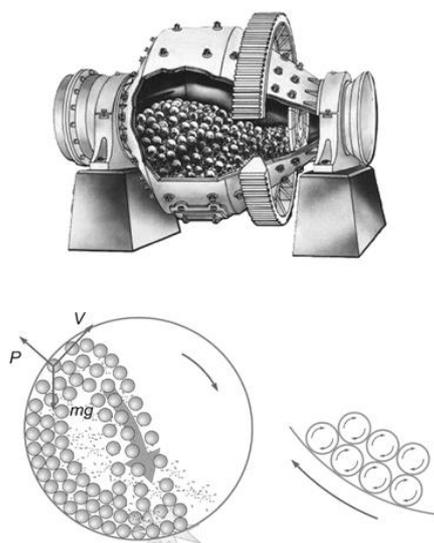


Рисунок 5 – Устройство шаровой мельницы и схема движения шаров в барабане

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

Основные показатели режима виброразмола, такие как коэффициент заполнения объёма мельницы размольными телами и измельчаемым материалом, соотношение между ними по массе, род помола (сухой или мокрый), обычно устанавливают эмпирически с учётом свойств измельчаемого материала и требуемой тонины помола. Материалом для

размольных тел служат чаще всего сталь или твёрдые сплавы [5].

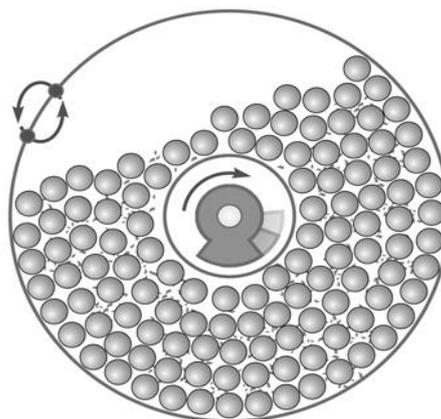


Рисунок 6 – Схема работы вибрационной мельницы

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

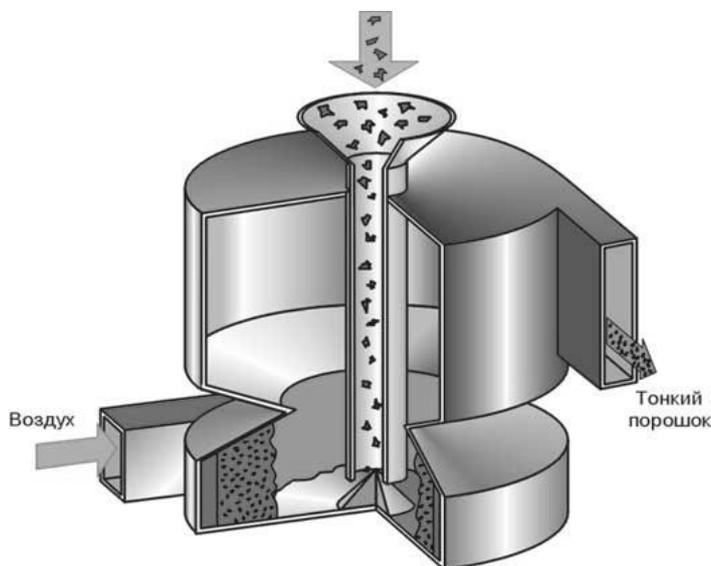


Рисунок 7 – Схема работы вихревой мельницы

Измельчение в планетарных центробежных и гироскопических мельницах. Планетарные центробежные мельницы (рисунок 8) позволяют осуществлять тонкое измельчение трудноразмалываемых материалов во много раз быстрее, чем в обычных шаровых, вихревых и вибрационных

мельницах. Каждый из 2 - 6 расположенных вертикально барабанов с измельчаемым материалом вращается как вокруг собственной продольной оси, так и вокруг оси, общей для диска, на котором они укреплены. Направления вращений противоположны [5].

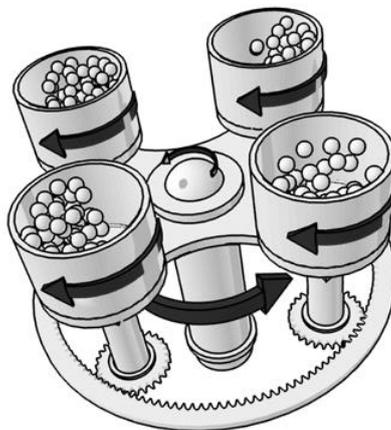


Рисунок 8 – Схема работы планетарной мельницы

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

Диспергирование ведут в спирте, воде, ацетоне и других жидкостях. Полученные порошки достаточно химически чистые, но частицы содержат больше микроискажений, чем после измельчения в шаровой мельнице [5].

1.3.2 Способы формирования оксидных порошков

Прессование – формование порошковых металлов – является одной из трудоёмких операций порошковой металлургии, в результате которой под действием приложенного усилия из бесформенного сыпучего порошка получается относительно прочное тело – прессовка, близкая по форме и

размерам к форме и размерам готового изделия с учётом изменения размеров при спекании дальнейшей обработке. Прессование порошковых материалов складывается из приготовления смеси порошков заданного химического и гранулометрического составов, дозировки и засыпки смеси в пресс-форму, собственно прессования, выпрессовки заготовок и контроля качества. Условия прессования (давление, схема, холодное, горячее и т.п.) определяют физико-химические и механические свойства готовых изделий, их эксплуатационное назначение.

Зависимость между давлением прессования и плотностью прессовок. Увеличение плотности прессовок с повышением давления происходит неравномерно. На первом этапе прессования (рисунок 9) самое наибольшее повышение давления уже вызывает значительное увеличение плотности прессовок, а при дальнейшем прессовании, наоборот, даже очень большое давление приводит лишь к незначительному увеличению плотности [6].

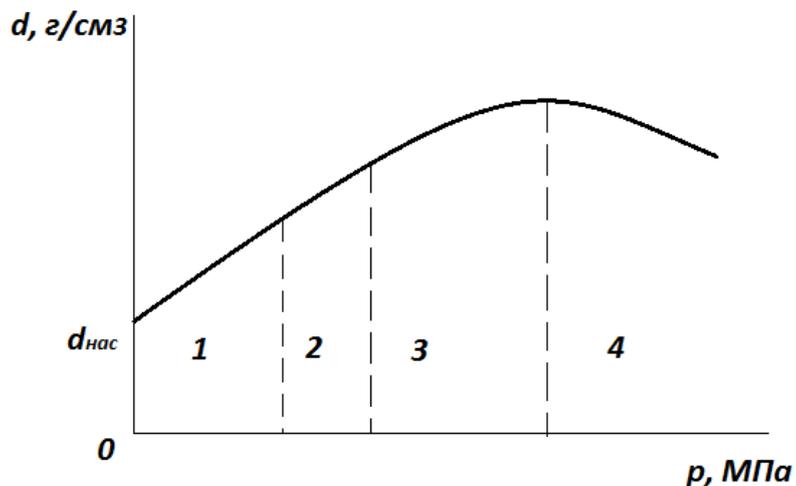


Рисунок 9 – График зависимости плотности заготовок от давления прессования: 1 – 4 – этапы прессования

Такая зависимость объясняется рядом последовательных этапов уплотнения, каждый из которых может быть наглядно представлен с помощью моделей Зеелига (рисунок 10).

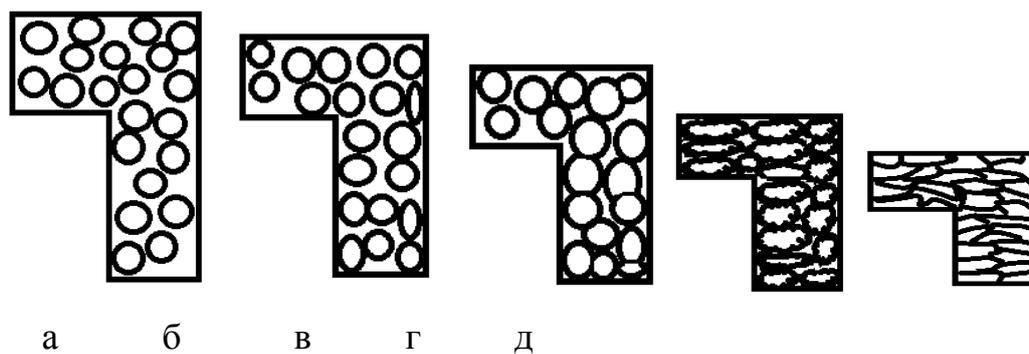


Рисунок 10 – Стадии прессования в закрытых пресс-формах: а – засыпка порошка; б, в – разрушение мостиков; г – начало деформации частиц; д – конец прессования

1.3.2.1 Холодное прессование в закрытых пресс-формах

Применяется при изготовлении конструкционных деталей. Легко поддаётся автоматизации и обеспечивает получение заготовок по форме и размерам соответствующих готовым изделиям. В большинстве случаев изделия, спрессованные в закрытых пресс-формах, никакой дальнейшей механической обработке не подвергаются, а после спекания поступают в эксплуатацию или проходят дополнительную обработку в целях улучшения состояния поверхности, повышения точности по размерам, придания специальных свойств [6].

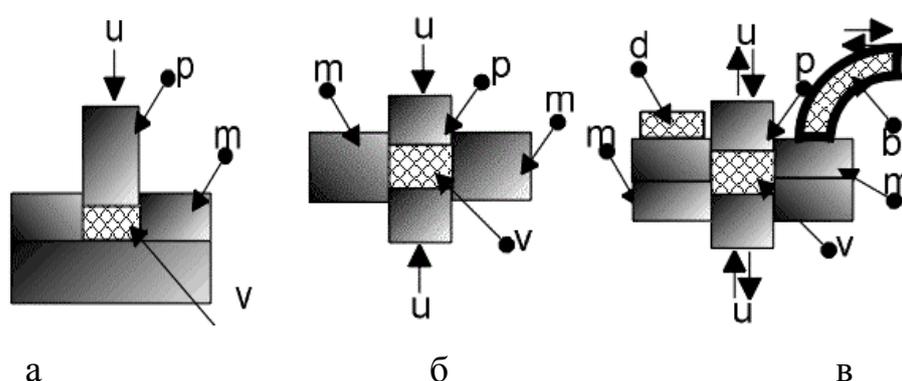


Рисунок 11 – Различные варианты прессования: а – прессование с одним пуансоном; б – прессование с двумя пуансонами; в – прессование с автоматически заполнением пресс-формы и выталкиванием готовой прессовки (u – направление усилия, m – матрица пресс формы, p – пуансон, v – прессуемое вещество (порошок),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

деталь) [6].

1.3.2.2 Горячее прессование

Горячее прессование (называемое в ряде случаев и спеканием под давлением) представляет собой совмещенный процесс прессования и спекания. В зависимости от характеристик порошков и ряда других факторов процесс осуществляется обычно при температуре, составляющей 0,5 – 0,8 от температуры плавления формуемого материалов, и при удельных давлениях от единиц до десятков мегапаскалей.

Горячее прессование позволяет реализовать наблюдаемое при повышении температуры увеличение текучести материалов и в ряде случаев получить практически беспористые изделия. Благодаря более низким температурам и меньшей длительности процесса по сравнению с обычным спеканием рост кристаллов ограничивается и достигается мелкозернистая структура материала. В то же время способ перспективен и тогда, когда не требуется полного спекания материала. В этом случае заданная плотность пористого керамического материала достигается при более низких температурах, чем в случае обычного спекания. Понижение температуры спекания позволяет свести к минимуму рост зерен, регулировать пористость и получать материал с повышенной прочностью. Путем подбора режимов процесса можно стимулировать и усиленный рост кристаллов, что требуется при получении некоторых типов керамики [7].

Процесс горячего прессования менее чувствителен к некоторым физическим свойствам и технологическим характеристикам исходных порошков (в особенности диффузионной подвижности и зерновому распределению), играющим при обычном спекании исключительную роль. Вместе с тем при этом процессе большую роль (по сравнению с обычным спеканием) играет исходная активность порошков. При горячем прессовании отмечается большой вклад спекания, связанный с активным состоянием исходных компонентов вследствие меньшей продолжительности процесса. Это позволяет (в отличие от обычного спекания) в

большей степени перенести неравновесные дефекты строения порошков в область температур завершения процесса.

Так как при горячем прессовании временная технологическая связка, как правило, не требуется, устраняется одна из причин возникновения пористости или некоторых возможных дефектов материала.

Поскольку при горячем прессовании операции прессования и спекания производятся одновременно, этот процесс имеет свои специфические особенности. В отличие от холодного прессования выдержки под давлением значительно удлиняются, что необходимо для прохождения процесса спекания, который при наличии внешнего давления, в свою очередь, значительно сокращается (по сравнению с обычным спеканием). Давление прессования при этом может быть снижено на порядок и более по сравнению с обычным прессованием. Вместе с тем, при горячем прессовании температура процесса чаще всего на 100 — 400 °С ниже, чем при обычном спекании, что позволяет в ряде случаев устранить нежелательные процессы, связанные с высокой температурой. Последнее в случае получения керамики, например типа ЦТС, позволяет исключить испарение PbO, отмечающееся при обычном спекании [8].

Технология получения изделий горячим прессованием состоит из следующих основных операций: подготовка порошка, подготовка пресс-форм, загрузка в них порошка и предварительное прессование на холоде; горячее прессование; возможная термическая обработка — отжиг (например, в порошковой металлургии), а в отдельных случаях — и механическая.

Схемы установок для осуществления процесса горячего прессования исключительно разнообразны. На рисунке 12 в качестве примера показаны схема установок и формы для горячего прессования по данным [8].

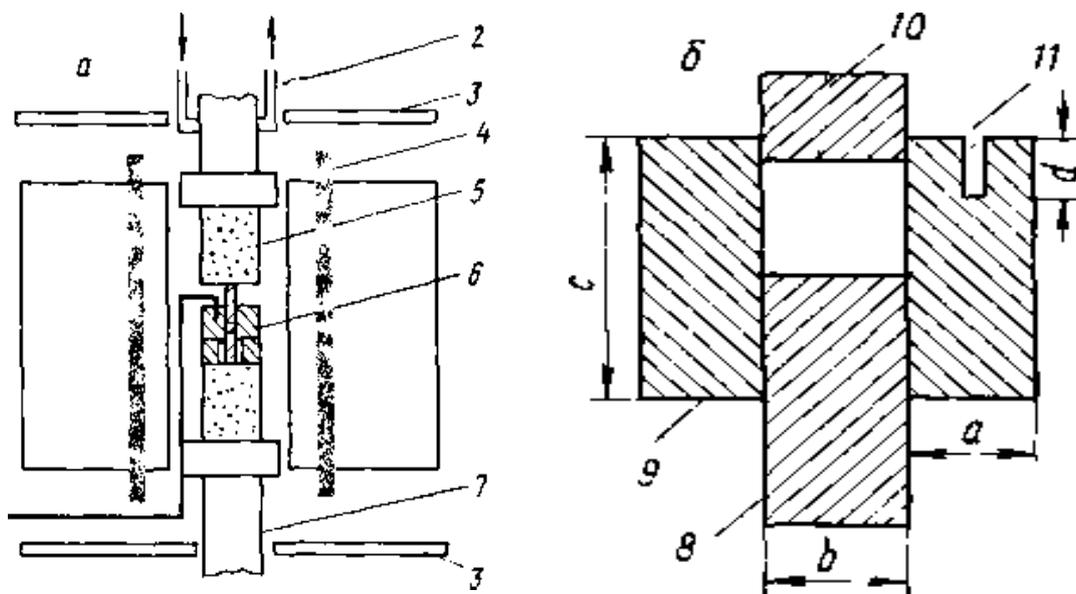


Рисунок 12 — Схема установки (а) и прессформы (б) для горячего прессования: 1 — термопара; 2 — система водного охлаждения; 3 — металлическая теплоотражающая плита; 4 — нагревательный силитовый стержень; 5 — корундовый стержень для передачи давления; б — прессформа; 7 — подвижный пуансон; 8 — нижний пуансон; 9 — корпус формы; 10 — верхний пуансон; 11 — щель для термопары

Установка состоит из печи и прессующего механизма высокого давления. Печь имеет кольцевую форму и обогревается нагревательными силитовыми стержнями. Формующий механизм снабжен регулирующим устройством, позволяющим поддерживать постоянное давление [8].

Основная трудность метода горячего прессования состоит в выборе материала технологической оснастки (матриц, пуансонов). Материалы в связи с тяжелыми условиями работы должны обладать высокими механической и химической стойкостью, термостойкостью, теплопроводностью и износостойкостью в области температур горячего прессования. При этом наиболее сложным вопросом является обеспечение механической прочности форм при температурах процесса. В большинстве случаев применяют графитовые формы, так как графит обладает

уникальными свойствами. Механическая прочность графита при нагревании не только не снижается, но и повышается (вплоть до 2500 °С); его электропроводность позволяет использовать форму в качестве нагревательного элемента печей сопротивления или высокочастотных установок для горячего прессования. В зависимости от типа и размеров изделий при горячем прессовании в графитовых формах могут достигаться температуры 2000 — 2500 °С при $P_{уд} = 50 \div 100$ МПа. Однако графитовые детали в воздушной среде постепенно сгорают и, кроме того, могут оказывать восстанавливающее действие на некоторые керамические материалы [8].

1.3.2.3 Гидростатическое прессование

Процесс изостатического прессования осуществляется в резиновых или других эластичных оболочках, находящихся под всесторонним сжатием рабочей среды, передающей давление. При этом устраняются как потери давления на трение о металлическую форму, так и различия в задаваемых коэффициентах сжатия на отдельных участках тела фасонного изделия. Особенно эффективен этот способ при получении изделий, высота которых намного превышает их поперечный размер (т.е. трудноформуемых обычным прессованием), полых изделий, а также крупногабаритных изделий, прессование которых обычным способом лимитируется отсутствием прессов требуемых габаритов и мощности [8].

В ряде случаев изостатическое прессование используют и для получения изделий сравнительно простой и благоприятной конфигурации, если необходимо обеспечить снятие внутренних напряжений и максимальную их равномерность, предотвратить даже незначительную деформацию в обжиге, вызываемую непостоянством огневой усадки в различных направлениях и на различных участках. Вследствие всестороннего сжатия материала при изостатическом прессовании общая плотность полуфабриката оказывается выше, чем при аналогичном давлении прессования в металлических формах. В связи с этим для достижения равной степени уплотнения при изостатическом прессовании требуется

более низкое давление [8].

Гидростатическое прессование, принципиальная схема которого приведена на рисунке 13. Этот метод даёт возможность изготавливать из пластичных, малопластичных и непластичных порошкообразных материалов высокопрочные изделия, форма и размер которых не позволяют применить другие способы изготовления изделий [9].

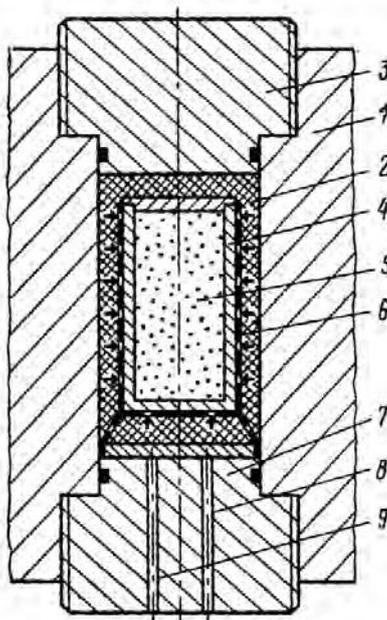


Рисунок 13 - Принципиальная схема изостатического прессования:
1 – сосуд высокого давления; 2 – жидкость высокого давления; 3 – верхний затвор; 4 – упругая форма; 5 – прессуемый порошок; 6 – перфорированная корзина; 7 – нижний затвор; 8 – подвод высокого давления; 9 – отвод жидкости.

1.3.3 Спекание оксидных керамик

Спекание порошковых материалов – это тепловая обработка свободно насыпанного порошка или прессованных заготовок при 0,7...0,9 абсолютной температуры плавления металла порошка в однокомпонентной системе или ниже температуры плавления основного металла в многокомпонентной системе порошков. Спекание состоит из

нагрева изделий до заданной температуры, изотермической выдержки при этой температуре и охлаждения до комнатных температур.

В металлведении под термином «спекание» понимают одну из важнейших технологических операций порошковой металлургии, при которой в результате диффузионных, рекристаллизационных и других процессов при термической обработке из свободно насыпанного или уплотнённого конгломерата частиц порошка создаётся единое тело, обладающее определённой структурой и свойствами. С позиции физической химии твёрдого тела спекание представляет собой сложный многоступенчатый самопроизвольный кинетический процесс приближения конгломерата частиц к термодинамическому равновесному состоянию [10].

Избыточная свободная энергия является основной движущей силой спекания. С термодинамической точки зрения спекание можно рассматривать как процесс восстановления атомно-кристаллической структуры металла частиц, а также как процесс перемещения атомов из энергетически «невыгодных» мест в такие места, где свободная энергия системы минимальна. Спекание – кинетический процесс освобождения порошковой системы от неравновесных дефектов.

Одним из наиболее характерных проявлений процесса спекания является уменьшение размеров – «усадка» изделия, сопровождаемая «залечиванием» дефектов кристаллической структуры металла частиц. Наиболее существенными молекулярно-кинетическими процессами при спекании являются химические реакции на поверхностях и границах раздела, поверхностная и объёмная диффузия, термически активируемые дислокационные процессы [10].

Процесс спекания состоит из трёх стадий: взаимного припекания частиц, сопровождающегося увеличением площади контакта между частицами и стягиванием их между собой; на этой стадии частицы сохраняют свою структурную индивидуальность, а их межчастичные границы практически сохраняют исходное состояние; образования единого

пористого тела, представляющего собой совокупность беспорядочно перемеживающихся частиц металла, порошка и пор; поры на этой стадии спекания в основном сообщаются между собой, а межчастичные исходные границы изменяют свою форму по отношению к состоянию после прессования; уплотнения объёма металла за счёт уменьшения общей пористости и образования изолированных пор.

Поры и их роль в процессе спекания. При холодном прессовании металлических порошков получить беспористые заготовки практически невозможно, в результате чего они содержат межчастичные поры, исходное состояние которых оказывает влияние на кинетику спекания за счёт изменения формы пор, их залечивания и полного исчезновения. Помимо пор, связанных с прессованием, частицы порошков содержат большое число микропор, рыхлостей и т.п., которые при спекании могут перераспределяться внутри частиц, залечиваться, коалесцировать и оказывать влияние на процессы, происходящие при спекании, как на поверхности частиц, так и внутри них [10].

Граничные поверхности в порошковых материалах. Границы и приграничные области оказывают большое влияние на свойства металлов. Неоднородность границ по химическому составу, наличие в них несплошностей, преимущественная деформация по границам зёрен при нагружении, инициирование фазовых превращений и одновременное торможение их, влияние границ на процессы рекристаллизации, рост зерна и т.п. определяют большую роль границ в процессах структурообразования и формирования свойств при различных видах обработки металлов и их конечные значения при испытании металлов на прочность, ползучесть и т.д., а также механизм разрушения металлов.

Влияние температуры спекания на формирование структуры и свойств. Температура спекания определяется не только природой металла частиц, но состоянием и удельной поверхностью частиц, дисперсностью и их формой, дефектностью кристаллической структуры металла и т.п.

Влияние температуры спекания на структуру и свойства порошковых изделий тесно связано с физико-химическими и технологическими характеристиками порошка, величиной, давлением прессования, временем спекания, а также величиной нагрузки, прилагаемой к изделию в процессе спекания.

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

Связь между давлением прессования и спеканием. Многие явления, протекающие при спекании, определяются усилием давления при прессовании. Чем выше давление прессования, тем больше остаточные напряжения в частицах, тем выше дефектность структуры частиц, тем значительнее изменяются закономерности спекания. Значительно зависят от давления прессования усадка и плотность спечённых изделий. Наибольшую усадку при спекании и наибольшую плотность в готовом виде имеют изделия, спрессованные при высоком давлении [10].

Влияние дисперсности и формы частиц порошков на кинетику спекания. С дисперсностью частиц порошков связан механизм переноса металла частиц. Увеличение размеров частиц порошка уменьшает удельную поверхность, снижает их активность, а следовательно уменьшает движущую силу спекания. Большое влияние на кинетику спекания оказывает форма частиц порошка и технология их получения. Повышенная активность при спекании дисперсных порошков приводит к резкому возрастанию их физико-механических свойств [10].

В пористых порошковых компактах в частицы соприкасаются лишь на отдельных участках меньшего размера по сравнению с сечением частицы. При спекании прессовки происходят увеличение площади контакта между частицами и сближение их центров. Однако вследствие

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

Увеличение площади контактов между частицами и сближение центров частиц эквивалентно исчезновению части объема, занятого порами. Важнейший вопрос теории и практики спекания порошковых тел – определение кинетики спекания. Авторами [11] разработана методика определения кинетики спекания НП, использующая следующие уравнения:

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

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

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

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

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

После дифференцирования при постоянной температуре параметр n можно определить по формуле

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

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

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

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

уплотнения достигается в процессе стягивания и перегруппировки твердых частиц. При жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами эффективное уплотнение достигается при меньших количествах жидкой фазы вследствие дополнительной, но более медленной усадки за счет перекристаллизации через жидкую фазу и диспергирование крупных частиц при проникновении расплава по границе зерен, подстройке их формы и коалесценции за счет растворения и осаждения. Значительное влияние на окончательное уплотнение при жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами оказывает процесс аккомодации формы сближающихся твердых частиц. Это особенно важно при малых количествах жидкой фазы [12].

В работах [13-15] было показано, что быстрая усадка компактов НП на начальной стадии спекания и логарифмическая зависимость температуры начала спекания от величины, обратной размеру спекаемых НЧ не могут быть объяснены диффузионным механизмом спекания. Там же была выдвинута гипотеза о том, что начальная стадия спекания НП определяется флуктуационным плавлением НЧ, термодинамические параметры которых подвержены флуктуациям. За время нахождения частицы в жидком состоянии, флуктуационно расплавившаяся частица заполняет собой пустоты между соседними частицами и объединяется с ними. Одним из ключевых вопросов в развитии флуктуационной теории спекания нанопорошков на начальной стадии является определение механизма объединения (слияния) флуктуационно расплавленной частицы с соседями.

В [16] было показано, что флуктуационная модель спекания НП хорошо описывает начальную стадию спекания при низких температурах (близких к температурам начала спекания). В предположении, что флуктуационно расплавившаяся частица объединяется с одной соседней частицей максимального объема, результаты расчетов лучше всего согласуются с экспериментом.

1.4 Методы активированного спекания

Целью разработки методов активированного спекания является создание оптимальных условий проведения процесса спекания. При этом стремятся к увеличению степени уплотнения и уменьшению температуры спекания. В технологии наиболее широко используется механическая активация. Наряду с ней существуют техника горячего прессования, уплотнение взрывом и кратковременное спекание (термическая активация процессов спекания с помощью увеличения температуры и скорости нагревания).

Активированное спекание порошков – спекание активных порошков – порошков с разупорядоченной кристаллической структурой, высокой дисперсностью, неомогенностью, фазовой нестабильностью, т.е. порошков со структурной и термодинамической нестабильностью атомов.

В процессах спекания более активным порошком принято считать тот, чья прессовка при прочих равных условиях уплотняется с большей скоростью, причём активность однозначно связывают с присутствием дефектов кристаллической структуры порошка. Дефекты, определяющие активность должны быть постоянны при температурах определения активности; это значит, что в различных температурных интервалах активность определяется различного типа дефектами [17].

Каждой скорости нагревания соответствует определенная температура T_{\max} , при которой наблюдается максимальная скорость уплотнения. Эта температура тем выше, чем выше скорость нагревания $V_H = T/t = \text{const}$. Так при нагревании прессовок из порошка диборида циркония с величиной частиц 10 -20 мкм со скоростями 10 и 200 °С/мин, T_{\max} повышается от 2100 до 2240 °С. Активированное спекание – это не просто интенсивная усадка активны порошков, а прежде всего процесс, при котором максимум дефектов структуры порошков реализуется в уплотнении образца (изделия) или в увеличении межчастичных контактов.

Активизацию спекаемого вещества можно осуществить различными механическими, физическими и химическими методами.

Механические методы: измельчение порошков в различных аппаратах или их деформация под нагрузкой, например, под воздействием ударных волн. В первом случае активация обусловлена главным образом увеличением поверхности, а во втором – образованием дефектов структуры. Причём в обоих случаях достигается предельная степень активирования. При размоле в различных агрегатах при разной степени измельчения получается равновесный помол, при котором более высокая дисперсность частиц не может установиться, так как тонкие частицы слипаются, а концентрация дефектов не превышает критического значения из-за особенностей взаимодействия дислокаций.

К физическим методам активирования относятся различные виды облучения, например, нейтронное, ультразвуковое, а также кристаллографические превращения, высокие давления. Облучение может активировать порошок, создавая в нём главным образом избыточные точечные дефекты, а также активировать процесс, вызывая генерирование точечных дефектов и неустойчивые состояния границ. Кристаллографические превращения активируют только процесс спекания, так как активное состояние, вызванное напряжениями, образующимися дислокациями и другими дефектами структуры возникает только в момент превращения. Высокие давления воздействуют на процесс, изменяя диффузионные и кооперативные перемещения массы.

К химическим методам активирования порошков тугоплавких соединений можно отнести все способы, обеспечивающие получение дисперсных частиц, например, осаждение из растворов, синтез в плазме, синтез нестехиометрических соединений, а к химическим методам активирования процесса спекания – легирование металлами и соединениями, воздействие газовых сред и сублимация [18].

2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ, МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе использовались промышленные нанопорошки следующих составов:

1. ZrO_2 – 5% Y_2O_3
2. 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3
3. 80% Al_2O_3 – 19% ZrO_2 – 1% Y_2O_3

Данные порошки были получены в условиях плазмохимического синтеза марки УДПО ВТУ 4-25-90.

Наиболее простой способ плазмохимического синтеза (ПХС) оксидных НП заключается в подаче водных растворов нитратов металлов (Al, Zr, Y,) в сопло плазмотрона, генерирующего плазму воздуха. В каплях раствора возникали чрезвычайно высокие температурные градиенты. Происходил очень быстрый процесс синтеза и кристаллизации требуемого оксида или смеси оксидов на поверхности капли с одновременным испарением воды через кристаллизирующуюся сферическую корку. Поэтому оксидные порошки, полученные ПХС, имеют характерную форму полых сфер. Размер сфер зависит от давления подачи раствора через форсунку в плазму и от температуры и варьировалась в пределах 100-1000 нм, размер кристаллитов, образующих сферу – 50-100 нм. Следует отметить высокую гомогенность твердых растворов ZrO_2 , а также почти 100%-ю аморфизацию плазмохимических порошков Al_2O_3 . Существенным недостатком оксидных нанопорошков, получаемых в условиях указанного способа является характерная сферическая форма частиц, которая обуславливает их крайне низкие технологические свойства.

Для улучшения технологических характеристик и повышения активности отожженные порошки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» в течение 20 минут при частоте вращения размольных сосудов 30 Гц. Мелющими телами являлись

диоксидциркониевые шары. В результате механического воздействия в приконтактных областях частиц происходила значительная пластическая деформация. Релаксация возникающих напряжений может происходить путем выделения тепла, образования новой поверхности, возникновения различных дефектов в кристаллах, инициированием твердофазных химических реакций. По мере увеличения мощности механического импульса и времени воздействия происходил постепенный переход от релаксации путем выделения тепла к релаксации, связанной с разрушением, диспергированием и пластической деформацией материала и появлением аморфных структур различной природы. Каналом релаксации поля напряжений может быть также химическая реакция, инициируемая разными механизмами, такими как прямое возбуждение и разрыв связи которые могут реализоваться в вершине трещины, или локальный тепловой разогрев.

Нанопорошки пластифицировали водным раствором карбоксиметил целлюлозы (КМЦ) из расчета: 5 мас. % КМЦ – 95 % порошка. После грануляции и сушки пластифицированные порошки формовали методом одноосного прессования в стальной пресс-форме, давление прессования составляло 400 МПа.

Спекание прессовок проводили в высокотемпературной печи сопротивления по режиму: скорость нагрева – 10 град/мин, температура и время изотермической выдержки – 1700°C и 1 ч соответственно, охлаждение происходило одновременно с печью. Образец два, состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ подвергали дополнительной обработке в азотсодержащей плазме тлеющего разряда при температуре 1400°C с целью получения оксинитридного покрытия $Zr(ON)_x$.

Плотность спеченных образцов ρ определяли с использованием гидростатического взвешивания в 96%-ом этиловом спирте с погрешностью $\pm 0,001$ г. Рассчитывали также относительную плотность образцов Θ в соответствии с выражением:

$$\theta = \frac{\rho}{\rho_T} \cdot 100 \% ,$$

где ρ_T – теоретическая плотность керамики.

Образцы полировали с использованием алмазных паст, полученные микрошлифы исследовали с помощью микроскопического комплекса «Лабомет-М».

Индентирование осуществляли с помощью прибора Nano Indenter G200. Индентор – пирамида Берковича, нагрузка 500 мН (50 г). Конструкция прибора позволяет выводить диаграмму внедрения индентора на монитор в режиме реального времени. Первичные данные – нагрузка и глубина внедрения пирамиды. По диаграмме внедрения прибор автоматически рассчитывал модуль упругости E_{IT} и микротвердость H_{IT} в соответствии со стандартом ISO 14577. Также с помощью прибора Nano Indenter G 200 определяли прочность спеченной керамики по методике «Scratch Testing». Суть метода заключается в нанесении на исследуемую поверхность царапины заданной длины (200 мкм) под действием линейно возрастающей нагрузки (от 0 до 40 мН), последующем определении глубины и ширины профиля. Прочность образцов рассчитывалась по следующим формулам:

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

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

3 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

В таблице 1 и рисунке 14 приведены результаты индентирования керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$, полученной печным спеканием.

Таблица 1 - Результаты индентирования керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$, полученной печным спеканием

Тест	Нагрузка F_{max} , мН	Глубина отпечатка H_{max} , нм	Модуль Юнга E_{IT} , МПа	Нанотвердость H_{IT} , МПа	Твердость по Мартенсу HMs , МПа
1	500,5	1475,9	243662	13887	8615
2	500,5	1551,3	218197	12516	8037
3	500,5	1523	225451	13054	8169
4	500,5	1567,2	218592	12117	7885
Среднее значение	500,5	1529,4	226475	12894	8176

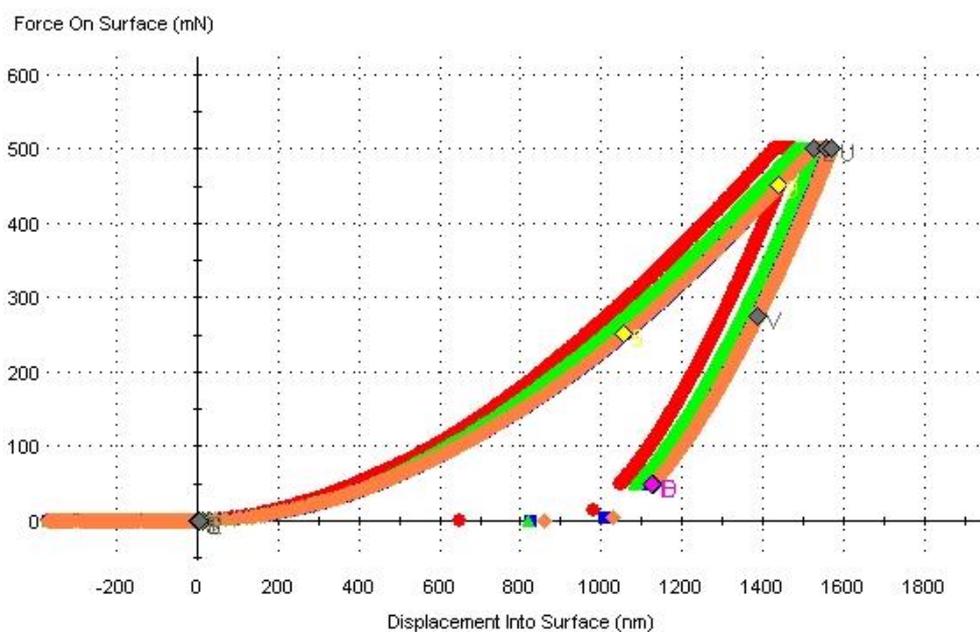


Рисунок 14 – Кривые нагружения -разгрузки керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$, полученной печным спеканием

На рисунке 15 и 16 приведены результаты скрѣч-тестинга керамики состава $ZrO_2-5\% Y_2O_3$

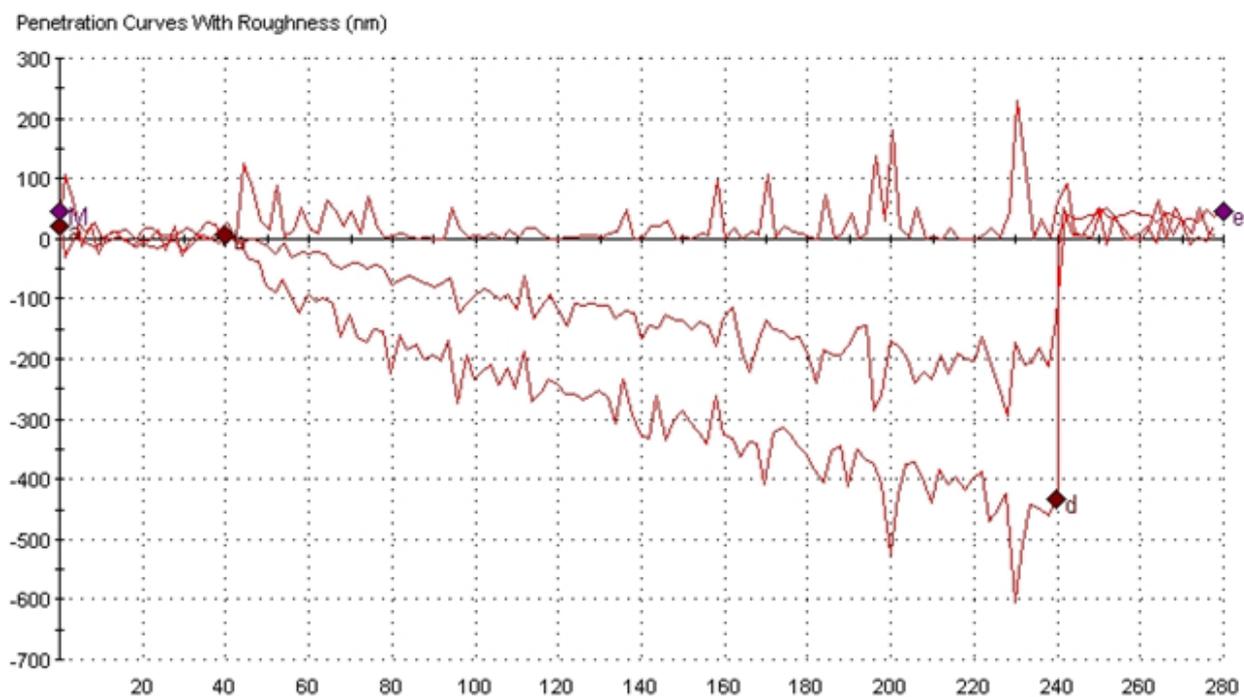


Рисунок 15 - Результаты скрѣч-тестинга керамики состава $ZrO_2-5\% Y_2O_3$ (по длине)

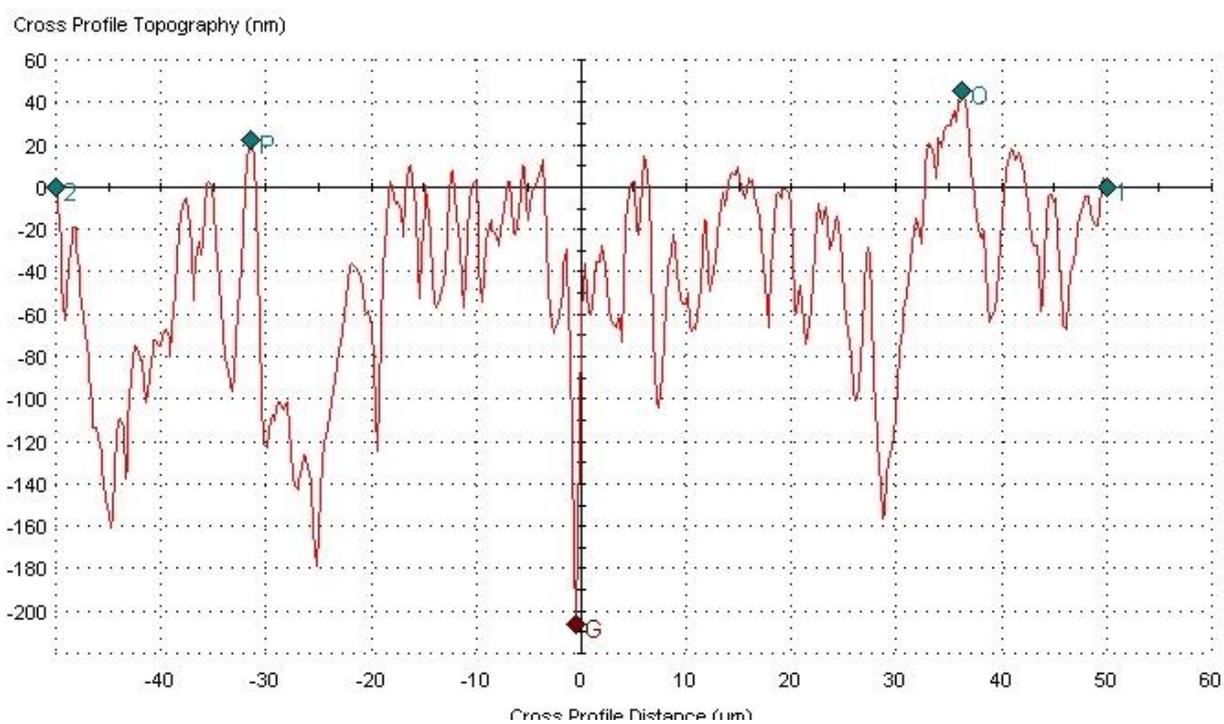


Рисунок 16 – Профиль царапины, полученной с помощью скрѣч-тестинга керамики состава $ZrO_2-5\% Y_2O_3$

В таблице 2 и рисунке 17 приведены результаты индентирования керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (Печное спекание, обработка в азотсодержащей плазме при температуре $1400^\circ C$).

Таблица 2 - Результаты индентирования керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$, полученной печным спеканием и последующей обработкой в азотсодержащей плазме

Тест	Нагрузка F_{max} , мН	Глубина отпечатка H_{max} , нм	Модуль Юнга E_{IT} , МПа	Нанотвердость H_{IT} , МПа	Твердость по Мартенсу HMs , МПа
1	500,2	1607,4	231365	10975	7289
2	500,7	1539,4	225575	12631	7954
3	500,6	1567,9	226339	11923	7666
4	500,1	1541,6	227053	12517	7923
Среднее значение	500,4	1564,1	227583	12012	7708

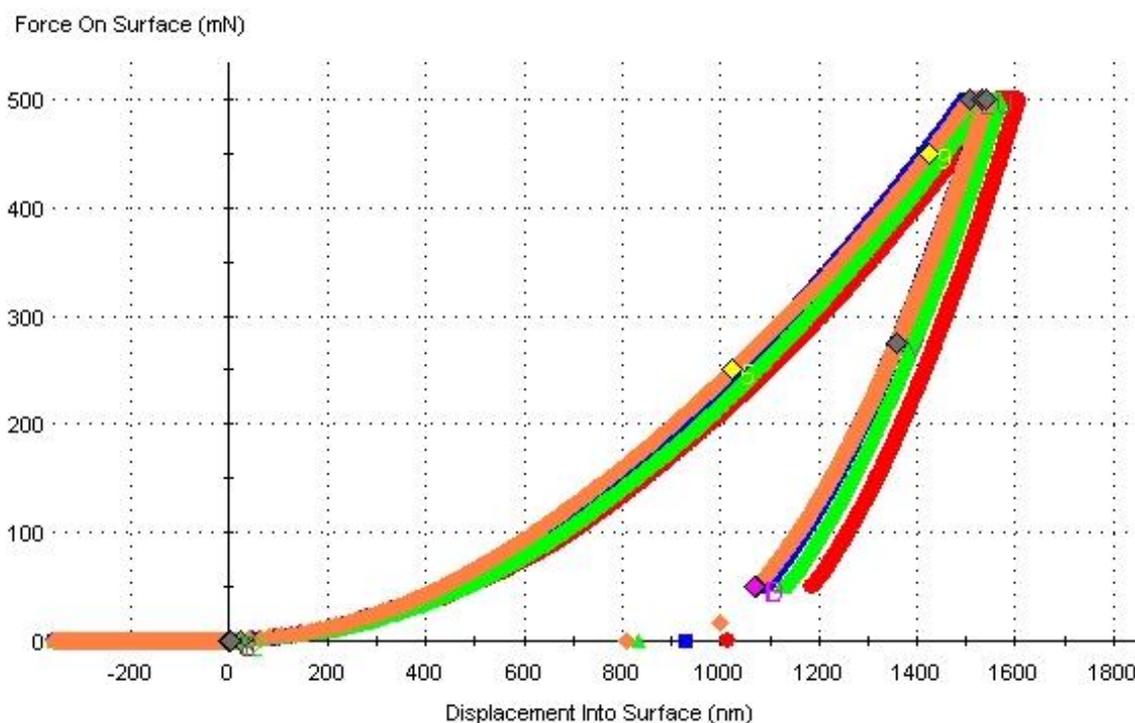


Рисунок 17 – Кривые нагружения -разгрузки керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (спекание, обработка в азотсодержащей плазме)

На рисунке 18 и 19 приведены результаты скрэч-тестинга керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (Печное спекание, обработка в азотсодержащей плазме при температуре $1400^\circ C$)

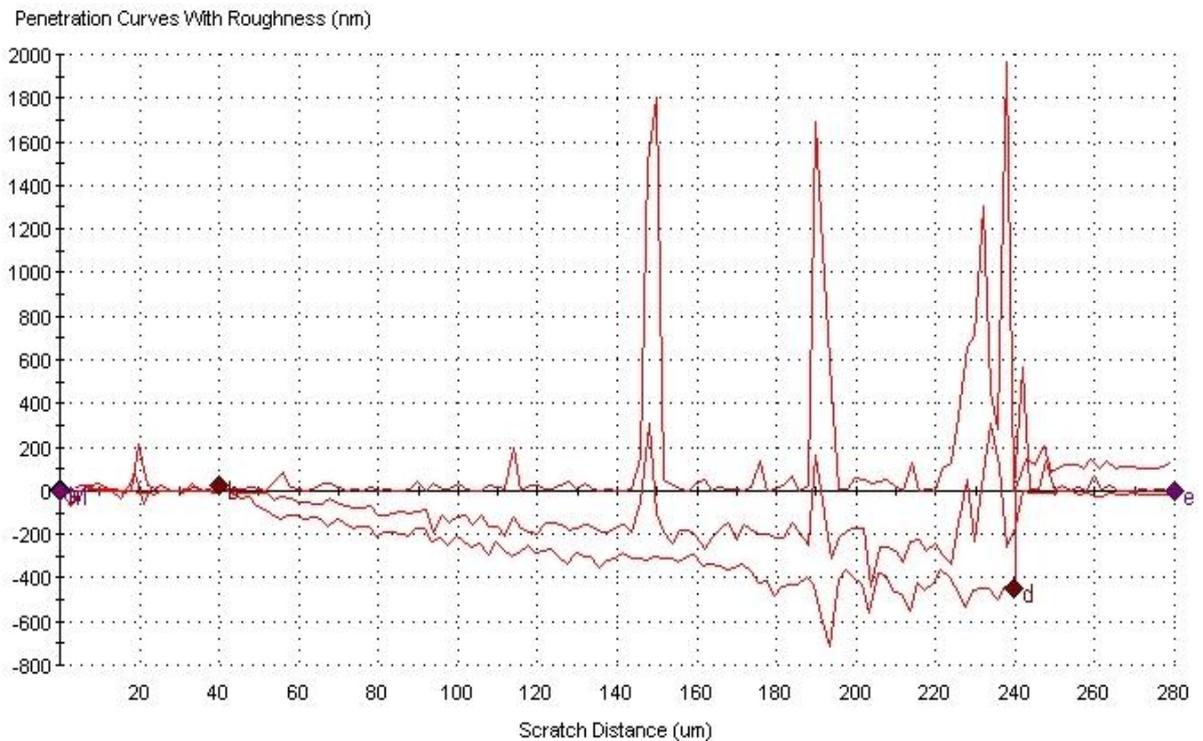


Рисунок 18 - Результаты скрэч-тестинга керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (по длине)

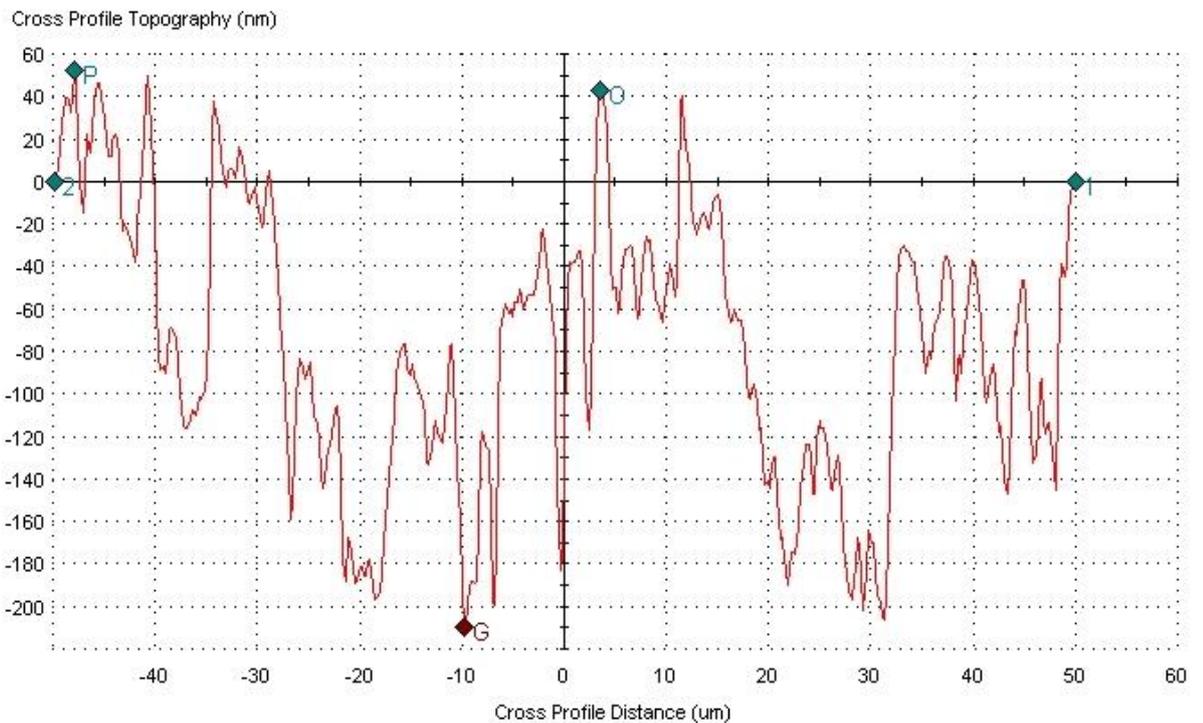


Рисунок 19 – Профиль царапины, полученной с помощью скрэч-тестинга

керамики состава $ZrO_2-5\% Y_2O_3$ ((спекание, обработка в азотсодержащей плазме)

В таблице 3 и рисунке 20 приведены результаты индентирования керамики состава $80\% Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$

Таблица 3 - Результаты индентирования керамики состава $80\% Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$

Тест	Нагрузка F_{max} , мН	Глубина отпечатка H_{max} , нм	Модуль Юнга E_{IT} , МПа	Нанотвердость H_{IT} , МПа	Твердость по Мартенсу HMs , МПа
1	500,3	1384,5	294269	15557	9821
2	500,1	1411,8	282688	14896	9442
3	500,1	1475,1	262142	13460	8651
4	500,5	1461,7	272634	13635	8818
Среднее значение	500,2	1433,3	277933	14387	9183

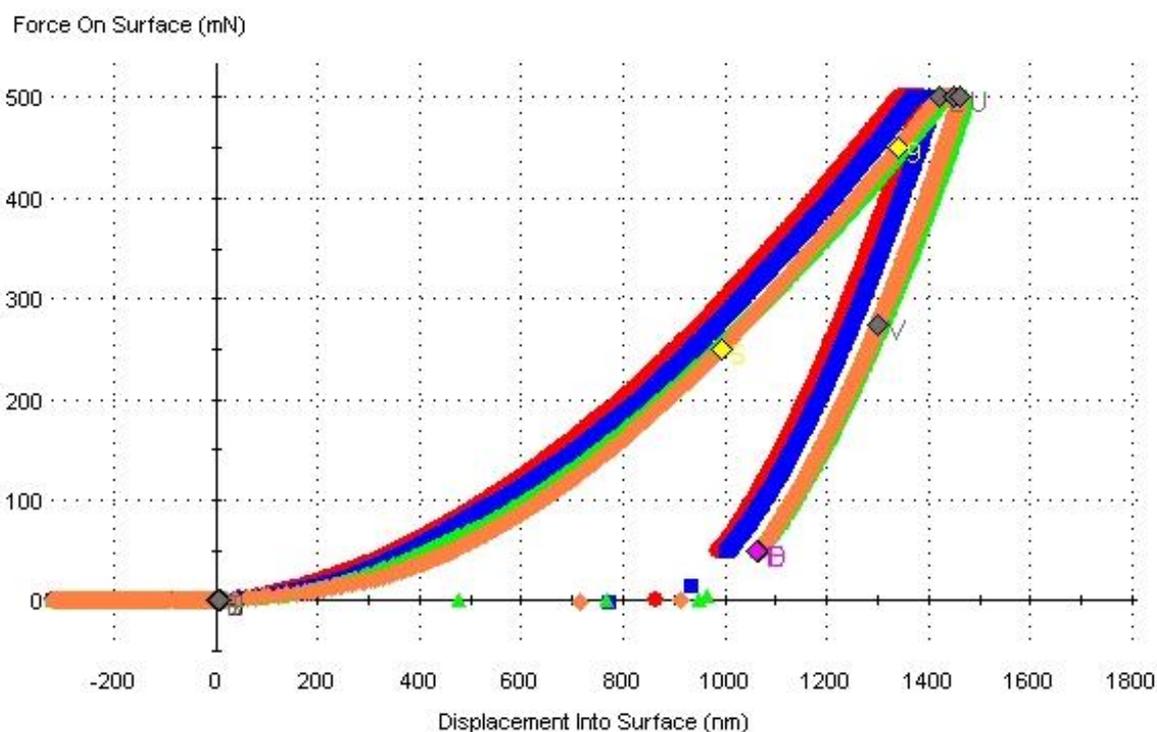


Рисунок 20 - Кривые нагружения-разгрузки керамики состава $80\% Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$

На рисунке 21 и 22 приведены результаты скрэч-тестинга керамики состава 80% Al_2O_3 – 19% ZrO_2 – 1% Y_2O_3

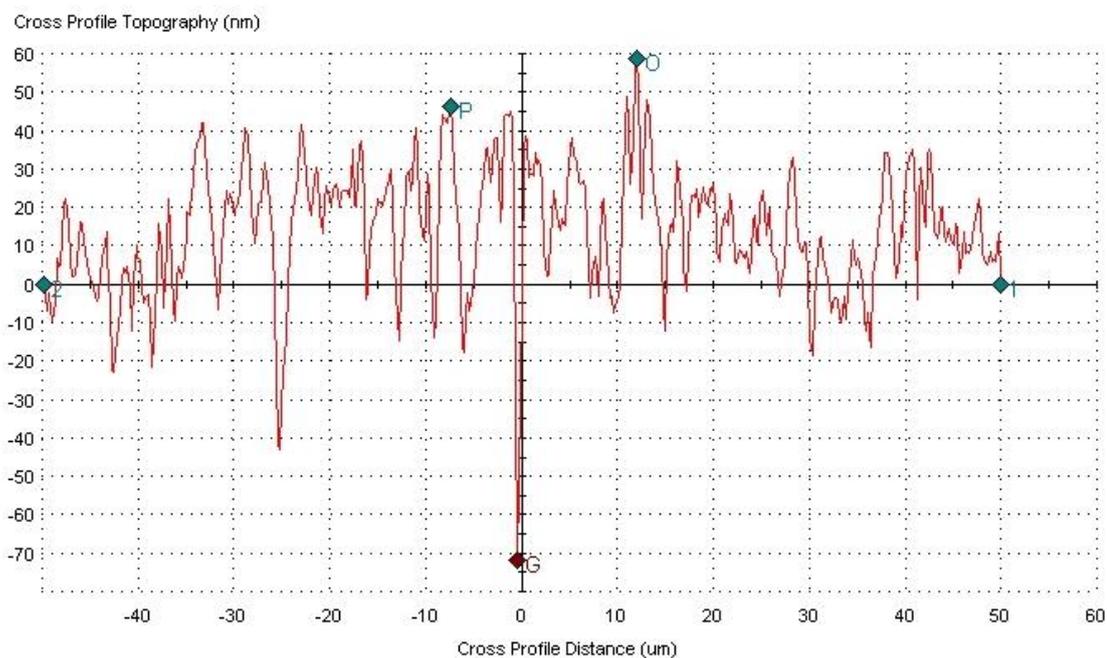


Рисунок 21 - Результаты скрэч-тестинга керамики состава 80% Al_2O_3 – 19% ZrO_2 – 1% Y_2O_3 (по длине)

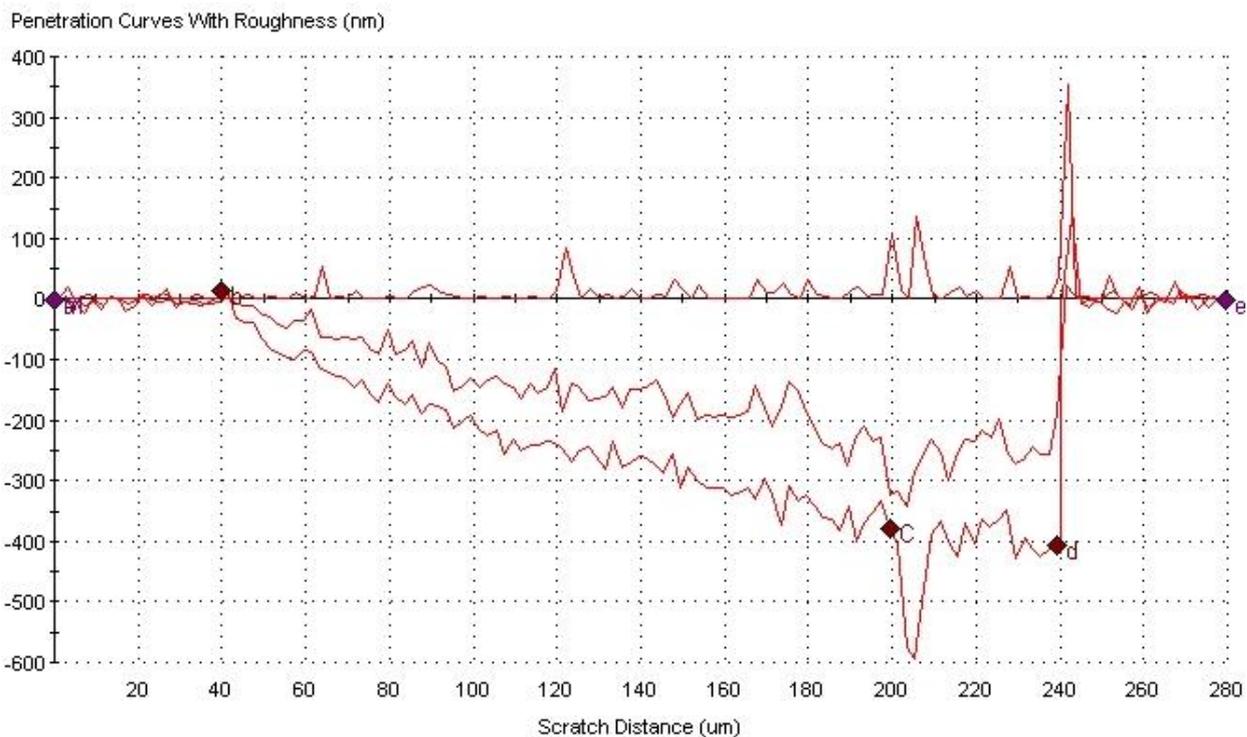


Рисунок 22 – Профиль царапины, полученной с помощью скрэч-тестинга керамики состава 80% Al_2O_3 – 19% ZrO_2 – 1% Y_2O_3

В таблице 4 и рисунке 23 приведены результаты индентирования керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3 .

Таблица 4 - Результаты индентирования керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3

Тест	Нагрузка F_{max} , мН	Глубина отпечатка H_{max} , нм	Модуль Юнга E_{IT} , МПа	Нанотвердость H_{IT} , МПа	Твердость по Мартенсу HMs , МПа
1	500,5	1547,9	225964	12403	7864
2	500,3	1527,1	231376	12782	8075
3	500,5	1498,1	226890	13708	8395
4	500,6	1543,3	223663	12574	7912
Среднее значение	500,5	1529,1	226973	12867	8062

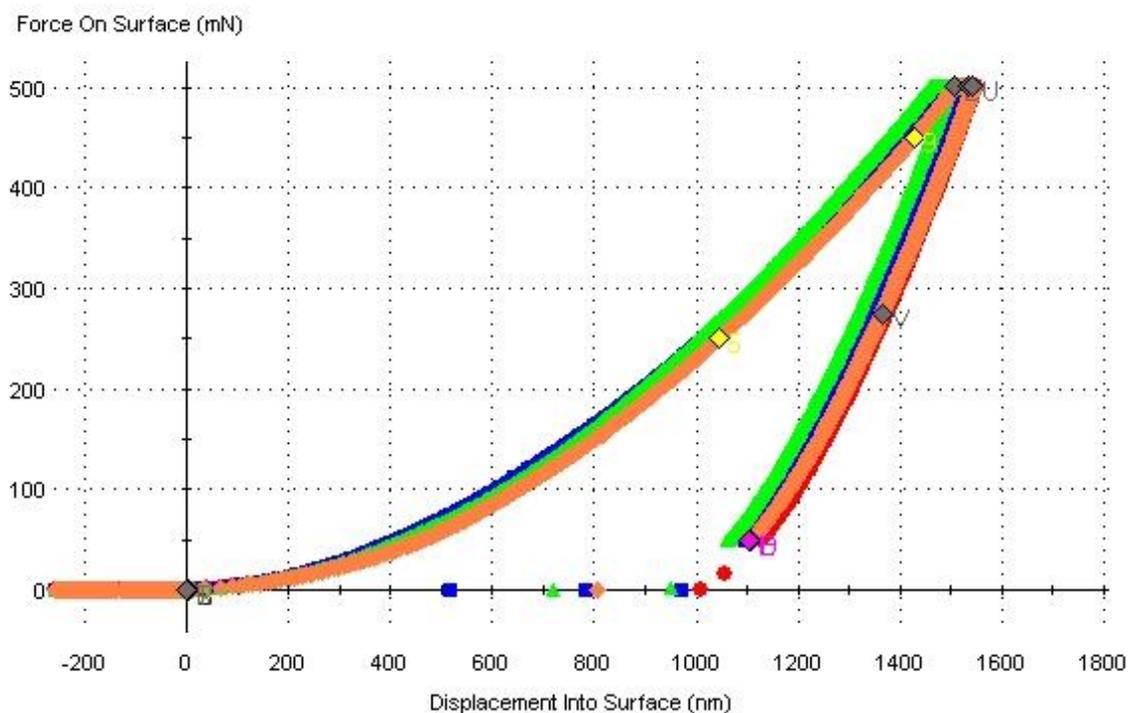


Рисунок 23 - Кривые нагружения керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3

На рисунке 24 и 25 приведены результаты скрэч-тестинга керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3

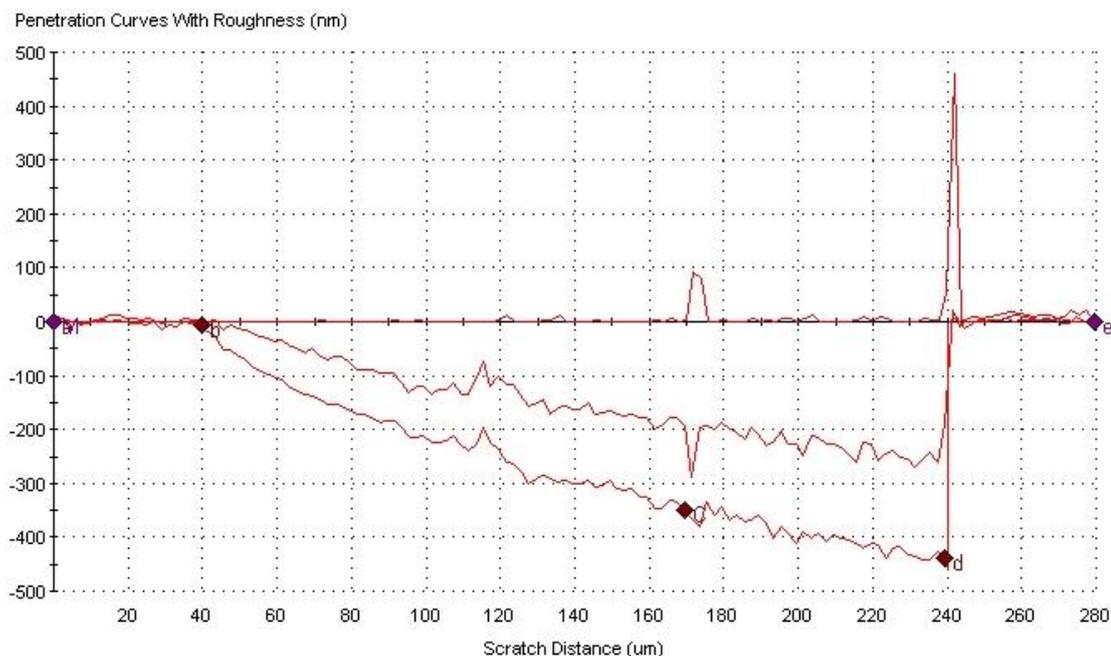


Рисунок 24 - Результаты скрэч-тестинга керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3 (по длине)

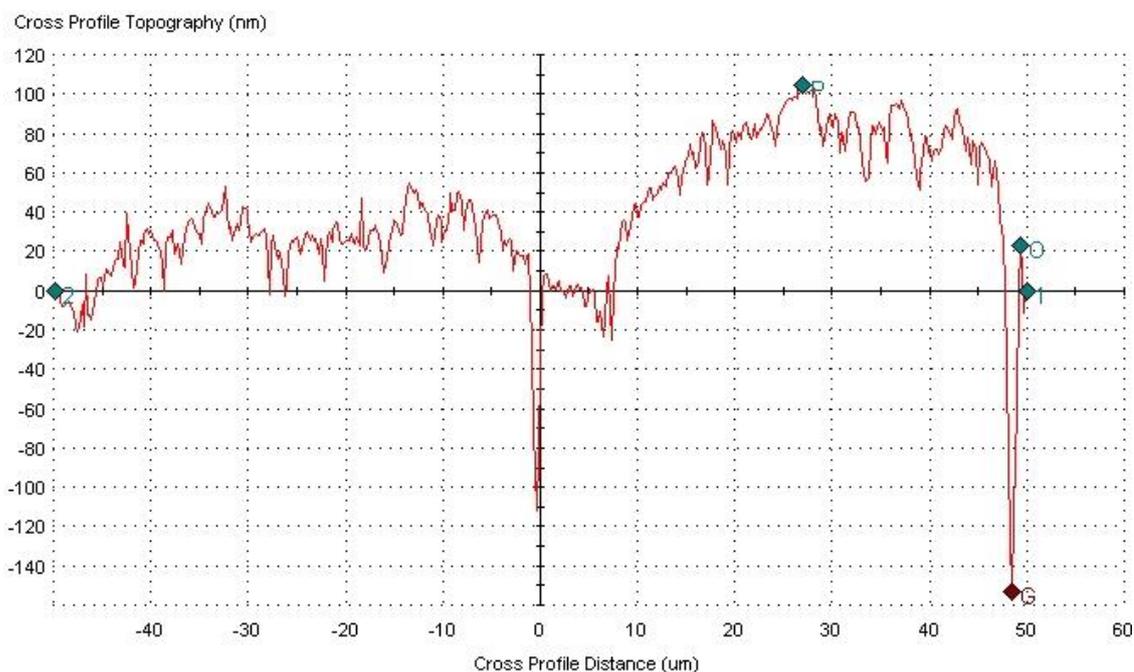


Рисунок 25 - Профиль царапины, полученной с помощью скрэч-тестинга керамики состава 76% ZrO_2 – 19% Al_2O_3 – 1% Y_2O_3

В таблице 5 Приведены сводные данные по результатам наноиндентирования спеченных образцов.

Таблица 5 - Данные по результатам наноиндентирования спеченных образцов

Состав	Модуль Юнга E_{IT} , ГПа	Нанотвердость H_{IT} , МПа	Предел прочности σ , МПа
$ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$	226,4	12894	480,7
$ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (обр. в плазме)	227,5	12012	644,5
80% $Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$	277,9	14387	592,3
76% $ZrO_2 - 19\% Al_2O_3 - 1\% Y_2O_3$	226,9	12867	621,4

Табличные данные показывают, что дополнительная обработка спеченной частично-стабилизированной циркониевой керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ в азотсодержащей плазме тлеющего разряда приводит к существенному повышению ее прочности. Эффект упрочнения керамики можно объяснить образованием в процессе обработки оксинитридных фаз типа $Zr(ON)_x$, который могут являться барьером для распространения закритических трещин.

На рисунках 26-28 приведены фотографии микроструктуры поверхности полированных спеченных керамических образцов.

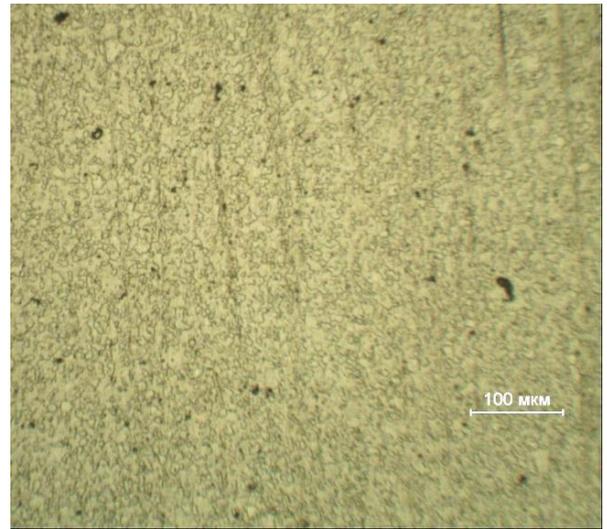
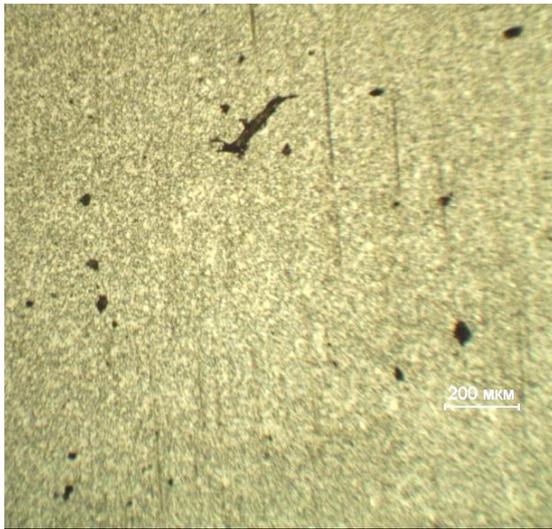


Рисунок 26 – Микроструктура керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ (Печное спекание, обработка в азотсодержащей плазме при температуре $1400^\circ C$)

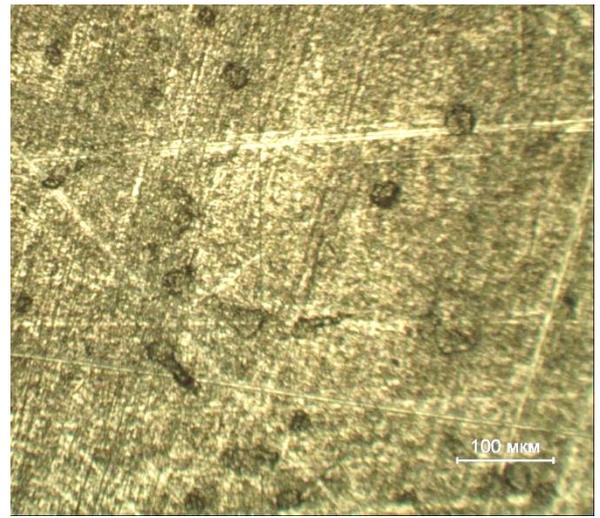
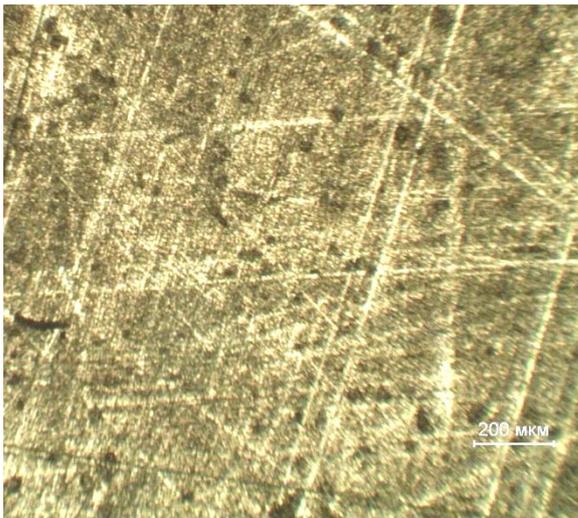


Рисунок 27 – Микроструктура керамики состава $80\% Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$

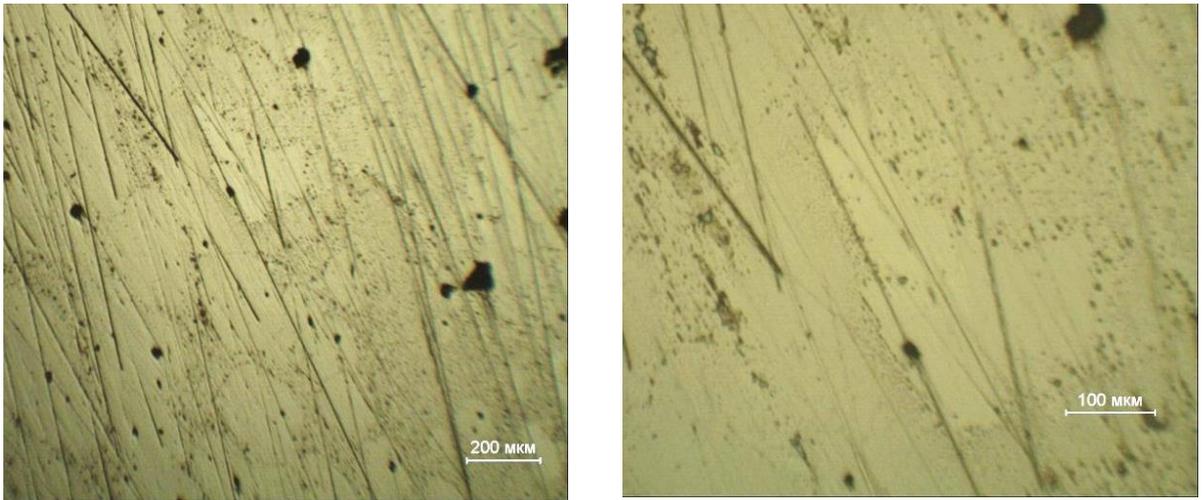


Рисунок 28 – Микроструктура керамики состава
 $76\% \text{ZrO}_2 - 19\% \text{Al}_2\text{O}_3 - 1\% \text{Y}_2\text{O}_3$

Видно, что образцы исследованных керамик имеют низкую пористость – не более 4 %. Пористость определялась как отношение площади пор (темная составляющая на микрошлифах) к площади исследуемого поля зрения.

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

Студенту:

Группа	ФИО
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович

Институт	Физики Высоких Технологий	Кафедра	Материаловедения в машиностроении
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	1) Бюджет проекта 241043,3
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	2) тарифная цена за 1кВт·час, Ц _э = 5,8 руб
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	3) районный коэффициент 30%
	4) отчисления во внебюджетные фонды -27%

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	1. Потенциальные потребители результатов исследования
2. Разработка устава научно-технического проекта	2. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения
	3. SWOT-анализ
	4. Оценка готовности проекта к коммерциализации
1. Планирование и формирование бюджета научных исследований	Бюджет научно – технического исследования (НТИ)
	1. Расчет материальных затрат НТИ
	2. Расчет амортизационных выплат
	3. Основная заработная плата исполнителей темы
	4. Отчисления на социальные нужды
	5. Накладные расходы
	6. Формирование бюджета затрат научно – исследовательского проекта
3. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	Оценка научно-технического уровня проекта

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Потенциальные потребители результатов исследования
2. Иерархическая структура работ по проекту
3. SWOT -анализ
4. Календарный план проекта
5. Бюджет проекта

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Меньшикова Е.В.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович		

4.1.2 Потенциальные потребители результатов исследования

Основными потенциальными потребителями в России результатов исследований могут выступать как научно-исследовательские институты, так и конкретные фирмы, работающие с керамикой на основе диоксида и нитрида циркония. В качестве конечного продукта для исследовательских институтов мы можем предложить развития технологий, позволяющих получать материалов с уникальным комплексом физико-механических характеристик. Исследуя рынок потенциальных потребителей, можно выделить ряд предприятий, которым потенциально интересны результаты исследований:

- 1) ООО Инновационное предприятие «НЦВО – Фотоника»
Россия, г. Москва
- 2) ЗАО «Второгнеупорматериалы» Россия, г. Новосибирск
- 3) ООО «ТПК Волоконно-оптических приборов» Россия, г.
Москва
- 4) ЗАО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» Россия, г. Новосибирск
- 5) ООО «Завод технической керамики» Россия, г. Москва
- 6) ОАО «ОНПП «Технология» Россия, г. Обнинск,
Калужская область.

4.1.3 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

В качестве конкурентных разработок рассмотрим керамику обработанную технологией повышения физико-механических характеристик на основе диоксида и нитрида циркония путем компактирования методом магнитно – импульсного прессования (К1) и технологией повышения физико-механических характеристик керамики на основе диоксида и нитрида циркония путем ультразвукового прессования (К2). Однако обработка методом ультразвукового прессования занимает

значительно меньше времени, чем методом магнитно – импульсным прессованием.

Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений представлена в таблице 6.

Таблица 6 - Оценочная карта для сравнения 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							
Прочность	0,15	5	4	4	0,75	0,60	0,60
Надежность	0,20	5	4	4	1,00	0,80	0,80
Расширенная область применения	0,15	5	4	5	0,75	0,60	0,75
Безопасность	0,05	5	5	5	0,25	0,25	0,25
Простота эксплуатации	0,05	4	4	4	0,20	0,20	0,20
Экономические критерии оценки эффективности							
Конкурентоспособность продукта	0,20	5	4	4	1,00	0,80	0,80
Уровень проникновения на рынок	0,10	5	5	5	0,50	0,50	0,50
Цена	0,05	5	4	4	0,25	0,20	0,20
Предполагаемый срок эксплуатации	0,05	5	3	3	0,25	0,15	0,15
Итог	1				4,95	4,10	4,25

Критерии для сравнения и оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения, приведенные в табл. 39, подбираются, исходя из выбранных объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации.

Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю экспертным путем по пятибалльной шкале, где 1 - наиболее слабая позиция, а 5 - наиболее сильная. Веса показателей, определяемые экспертным путем, в сумме должны составлять 1.

Анализ конкурентных технических решений определяется по

формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i, \quad (12)$$

где K - конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i - вес показателя (в долях единицы);

B_i - балл i -го показателя.

Исходя из оценочной карты видно, что применяемая нами технология повышения физико-механических характеристик керамики на основе диоксида и нитрида циркония. Имеет высший показатель конкурентоспособности, что говорит о положительной ресурсоэффективности и эффективном ресурсосбережении. Наш продукт выигрывает в прочности, в надежности, а также в цене.

4.1.4 SWOT-анализ

Базовым рынком сбыта продукции является рынок Российской Федерации и СНГ, в перспективе планируется выход на международные рынки.

Успех в достижении стратегических целей научно исследовательской работы обеспечивается получением синергетических эффектов выгоды от вертикальной интеграции, выгоды от диверсификации, от доступа к новым каналам сбыта продукции и технологиям, увеличение доли на рынке. Анализ реализации проекта SWOT представлен в таблице 7.

Таблица 7 – Матрица SWOT

	<i>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</i>	<i>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</i>
	<p>С1. Развитая производственная, научная, энергетическая, транспортная, социальная инфраструктура.</p> <p>С2. Большой объем и доступность сырья;</p> <p>С3. Низкая стоимость исходного сырья.</p> <p>С4. Применяемая технология позволяет получить высокие физико-механические характеристики</p>	<p>Сл1. Отсутствие необходимого оборудования для спекания образца.</p> <p>Сл2. Большой срок поставок материалов и комплектующих для оборудования, используемых при проведении научного исследования.</p> <p>Сл3. Отсутствие у потенциальных потребителей квалифицированных кадров по работе с научной разработкой.</p>
<p><i>Возможности:</i></p> <p>В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ. Nano Indenter G200 для определения свойств образцов.</p> <p>В2. Освоение новых сегментов рынка жаропрочной керамики.</p> <p>В3. Выход на зарубежные рынки.</p>	<p><i>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и возможности»</i></p> <p>1. Возможность использования инновационной инфраструктуры ТПУ позволяет соответствовать заявленной экономичности и энергоэффективности технологии, не наносить</p>	<p><i>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и возможности»</i></p> <p>1. Отсутствие необходимого оборудования у потребителя для проведения испытания опытного образца.</p> <p>2. Кадровый дефицит может быть компенсирован за счет использования</p>

	<p>каких-либо вредных воздействий на окружающую среду.</p> <p>2. Достижение высоких значений спечённой керамики является залогом дополнительного государственного финансирования.</p> <p>3. Еще более низкая цена на возможную продукцию разработки за счет государственного финансирования.</p>	<p>инфраструктуры ТПУ, как мощной базы квалифицированных специалистов.</p> <p>3. Использование инфраструктуры ТПУ позволит избежать перебоев и снизить финансирование научной разработки к минимуму.</p> <p>4. Компенсирование возможности массового производства за счет использования государственных производственных резервов.</p> <p>5. Помехой для повышения стоимости конкурентных разработок могут послужить отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца, большой срок поставок материалов и комплектующих, используемых при проведении научного исследования, связанных с санкциями.</p>
<i>Угрозы:</i>	<i>Результаты анализа интерактивной</i>	<i>Результаты анализа интерактивной</i>

<p>У1.Появлений новых конкурентов.</p> <p>У2.Производителей с более развитыми технологиями и низкими издержками</p> <p>У3.Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства.</p> <p>У4.Введения дополнительных государственных требований к сертификации продукции.</p> <p>У5. Отсутствия спроса на новые технологии производства.</p>	<p><i>матрицы проекта полей «Сильные стороны и угрозы»</i></p> <p>1.Сравнительно низкие издержки производства относительно западных аналогов.</p> <p>2.Развитой конкурентной технологии производства может не так сильно отразиться на проекте, благодаря тому, что более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.</p> <p>3.Отсутствие спроса на новые технологии производства может оказать не сильно негативное влияние на наш проект.</p> <p>4.Достижение высоких физико - механических свойств технологии обеспечит спрос на местном рынке.</p> <p>5.Высокая конкурентоспособность технологии позволит привлечь дополнительное финансирование со стороны частных лиц в случае несвоевременного</p>	<p><i>матрицы проекта полей «Слабые стороны и угрозы»</i></p> <p>1.Появление конкурентов с более новыми разработками, с более развитыми научно-исследовательскими институтами.</p> <p>2.При отсутствии спроса на новые технологии производства может послужить то, что у потенциальных потребителей не имеется квалифицированных кадров по работе с научной разработкой.</p> <p>3.Несвоевременное финансовое обеспечение исследования со стороны государства и введения дополнительных государственных требований к сертификации продукции может усложнить процесс перехода к массовому производству.</p>
--	--	---

	государственного финансирования.	
--	-------------------------------------	--

Результаты научно – исследовательской работы могут быть устаревшими, если на рынке появятся материалы с высокими свойствами и стоимостью.

Таблица 8 - Интерактивная матрица проекта. Сильные стороны и возможности проекта

Возможности проекта	Сильные стороны проекта			
		C1	C2	C3
	B1	+	+	+
	B2	+	+	0
	B3	+	+	+

B1C1C2C3; B2C1C2; B3C1C2C3.

Таблица 9 - Интерактивная матрица проекта. Сильные стороны и угрозы проекта

Сильные стороны проекта				
Угрозы проекта		C1	C2	C3
	Y1	-	+	+
	Y2	+	0	+
	Y3	-	+	+
	Y4	-	+	+
	Y5	+	+	+

Y1C2C3; Y2C1C3; Y3C2C3, Y4C2C3; Y5C1C2C3.

Таблица 10 - Интерактивная матрица проекта. Слабые стороны и возможности проекта

Возможности проекта	Слабые стороны проекта			
		Сл1	Сл2	Сл3
	B1	-	-	+
	B2	+	-	-
B3	+	-	-	

B1Сл3; B2; B3Сл1.

Таблица 12 - Интерактивная матрица проекта. Слабые стороны и угрозы проекта

Слабые стороны проекта				
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3
	У1	+	0	-
	У2	+	-	-
	У3	+	+	+
	У4	-	+	+
	У5	+	+	0

У1Сл1; У2Сл1; У3Сл1Сл2Сл3; У4Сл2Сл3; У5Сл1Сл2.

4.1.5 Оценка готовности проекта к коммерциализации

В таблице 13 показаны оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации.

Таблица 13 – Оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

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

7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	1	1
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	3
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	2	3
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	2	1
11.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	1	3
12.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	1	2
13.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	1	2
14.	Проработан механизм реализации научного проекта	3	4
	Итого баллов	32	39

По полученным данным видно, что степень проработанности научного проекта на среднем уровне, что в первую очередь обусловлено достаточно большим научно-исследовательским заделом разработки и возможностями финансирования за счет большой актуальности продукции исследования. Уровень знаний у разработчика находится в диапазоне выше среднего, что говорит в достаточно высокой компетенции, но необходимости изучения финансовой стороны рынка - возможностей конкуренции и сбыта продукции. Только в этом случае можно говорить об успешных результатах коммерциализации разработки.

4.2 Инициация проекта

а. Цели и результат проекта.

Таблица 14 - Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
ЗАО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» Россия, г. Новосибирск	Новая технология повышения физико - механических характеристик керамики.
НИ ТПУ	Новая технология повышения физико - механических характеристик, публикации и заявки в ведущих журналах мира.
ИФПМ СО РАН	Технология повышения физико - механических характеристик, получение гранта.

Таблица 15 - Цели и результат проекта

Цели проекта:	Разработка и получение принципиально нового метода увеличения долговечности керамики
Ожидаемые результаты проекта:	Технология повышения физико – механических характеристик.
Критерии приемки результата проекта:	Новизна разработки, соответствие заявленным физико-механическим свойствам
	Требование:
Требования к результату проекта:	Плотность не менее 5 г/см ³
	Микротвердость не менее 5 ГПа
	Пористость не более 20 %
	Модуль упругости не менее 100 ГПа

б. Организационная структура проекта.

Таблица 16 - Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, дни
1	Матренин С.В.,	Научный руководитель	Теоретическая помощь в	32

	доцент каф. ММС НИ ТПУ		выполнении проекта, анализ полученных данных о эксперименте	
2	Ларицкий В.В.	Инженер- Технолог	Подготовка и проведение экспериментов, анализ полученных данных о эксперименте	80

в. Ограничения и допущения проекта.

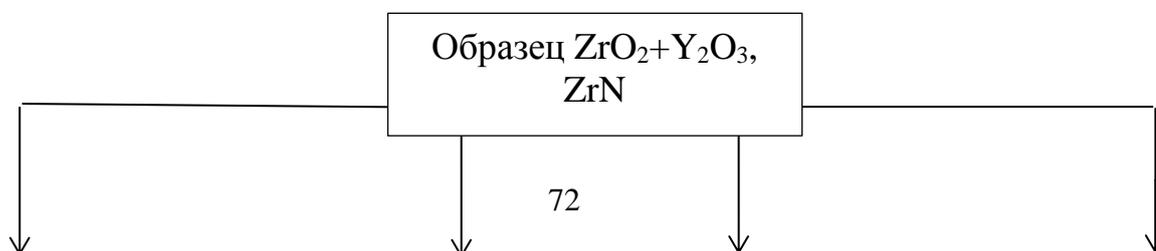
Таблица 17 - Ограничения проекта

Фактор	Ограничения / допущения
3.1. Бюджет проекта	-
3.1.1. Источник финансирования	НИ ТПУ
3.2. Сроки проекта:	Май 2017
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	Март 2017
3.2.2. Дата завершения проекта	Май 2017
3.3. Прочие ограничения и допущения	Ограничения по времени использования научного оборудования, а также времени работы участников проекта.

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом.

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта.



1. Управление проектом	2. Требование к образцу	3. Разработка технологии	4. Определение свойств
1.1 Постановка задачи (выбор объекта исследования)	2.1 Разработка и утверждение ТЗ	3.1 Изготовление материалов	4.1 Обработка полученных экспериментальных данных
1.2 Анализ условий проведения работ (цель, назначение, область использования, изучение литературы)	2.2 Проведение консультации с научным руководителем о проведении эксперимента	3.2 Подготовка образцов к испытаниям (шлифовка, полировка)	4.2 Составление отчетной документации, исследуемых материалов проекта
1.3 Анализ технических требований технологии (материалы, оборудование)		3.3 Проведение экспериментов (Структурные исследования, определение свойства материала)	4.3 Сдача проекта

4.3.2 Контрольные события проекта

Таблица 18 - Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Утверждение ТЗ	Март	ТЗ
2	Получение образцов из керамики	Март	8 образцов
3	Проведение необходимых исследований (структурные исследования определение свойства материала)	Апрель	Отчет об экспериментах

4	Составление отчетной документации, текстовых материалов проекта и графиков с рисунками	Май	Итоговые выводы о исследованиях
---	--	-----	---------------------------------

4.3.3 План проекта

Таблица 19 - Календарный план проекта

Код работы (из ИСР)	Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников (ФИО ответственных исполнителей)
1.1	Постановка задачи (выбор объекта исследования)	1	март	март	Матренин С.В.
1.2	Анализ условий проведения работ (цель, назначение, область использования, изучение литературы)	5	март	март	Матренин С.В., Ларицкий В.В.
1.3	Анализ технических требований технологии (материалы, оборудование)	4	март	март	Матренин С.В., Ларицкий В.В.
2.1	Разработка и утверждение технического задания (ТЗ)	3	март	март	Матренин С.В., Ларицкий В.В.
2.2	Проведение консультаций с научным руководителем о проведении эксперимента	14	март	март	Матренин С.В., Ларицкий В.В.
3.1	Получение экспериментальных образцов титана	12	март	март	Матренин С.В., Ларицкий В.В.

3.2	Подготовка образцов к испытаниям (шлифование, полирование)	5	март	апрель	Ларицкий В.В.
3.3	Проведение экспериментов (структурные исследования, механические испытания)	24	апрель	май	Ларицкий В.В.
4.1	Обработка полученных экспериментальных данных	5	май	май	Ларицкий В.В.
4.2	Составление отчетной документации, текстовых материалов проекта	14	май	июнь	Ларицкий В.В.
4.3	Сдача проекта	1	июнь	июнь	Матренин С.В., Ларицкий В.В.
Итого:		88			

4.3.4 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета, планируемые затраты группируются по статьям, представленным в таблице (табл. 19).

Таблица 21 - Группировка затрат по статьям

Вид работ	Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты	Основная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Затраты на оборудование	Затраты на электроэнергию	Итого плановая себестоимость
	2690	87 962,88	23 749,98	126000	640,45	241043,3

Таблица 21 - Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Порошок ZrO ₂	0,07 кг.	5000	350
Порошок Y ₂ O ₃	0,05кг.	10000	500
Порошок ZrN	0,1кг.	4500	450
Алмазные пасты для полировки образцов	4 шт.	73	292
КМЦ	1 пачка	80	80
Канцелярские пакеты	1 уп.	240	240
Канцелярские принадлежности (бумага)	2 пачки	200	400
Канцелярские принадлежности (ручки)	5шт	50	250
Всего за материалы			2562
Транспортно-заготовительные расходы (5%)			128
Итого по статье С _м			2690

Таблица 22 - Перечень необходимого спецоборудование для научных работ

Наименование оборудования	Цена ед., (руб.)	Количество	Срок службы	Сумма, (руб.)
Микроскоп «ЛабoМет – И»	98 000	1	-	98 000
Гидравлический пресс «Р-20»	20 000	1	-	20 000
Камерная вакуумная печь типа СНВЭ	3 697 000	1	15	2 025
Муфельные печи сопротивления ЭКПС (тип СНОЛ)	1 760 000	1	15	964
Наноиндентор G200	2 978 000	1	15	3 807

Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»	400 000	1	15	73
Лабораторные весы типа Вул-250	1450	1	-	1 450
Итого (с учетом затрат на спец. оборудование)				126 000

Расчет основной заработной платы.

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p,$$

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

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

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

$$Z_{\text{осн}} = 1\,416,64 \cdot 32 = 45\,332,48 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{осн}} = 532,88 \cdot 80 = 42\,630,4 \text{ руб.}$$

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = (Z_M M) / F_d,$$

где Z_M – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дня $M = 11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб. дней $M = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (табл. 23).

$$Z_{\text{дн}} = (26\,300 \cdot 1,3 \cdot 10,4) / 251 = 1\,416,64 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{дн}} = (9893 \cdot 1,3 \cdot 10,4) / 251 = 532,88 \text{ руб.}$$

Таблица 23 - Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Научный руководитель	Инженер-технолог
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней	52	52
- выходные дни	14	14
- праздничные дни		
Потери рабочего времени	48	48

- отпуск - невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	251	251

Месячный должностной оклад работника:

$$З_m = З_б (k_{пр} + K_d) k_p,$$

где $З_б$ – базовый оклад, руб.;

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, (определяется Положением об оплате труда);

k_d – коэффициент доплат и надбавок (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: определяется Положением об оплате труда);

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

Расчёт основной заработной платы приведён в табл. 24.

Таблица 24 - Расчёт основной заработной платы

Исполнители	$З_б$, руб	$k_{пр}$	k_d	k_p	$З_m$, руб	$З_{дн}$, руб	T_p	$З_{осн}$, руб
Научный руководитель	26 300	-	1	1,3	34190	1 416,64	32	45 332,48
Инженер- технолог	9893	-	1	1,3	12860	532,88	80	42 630,4

Отчисления на социальные нужды.

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

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

где $K_{внеб}$ - коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

$$C_{внеб} = 0,27 \cdot 87\,962,88 = 23\,749,98 \text{ руб.}$$

Расчет затрат на электроэнергию.

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

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

$$\mathcal{E}_{об} = P_{об} \cdot C_э \cdot t_{об}, \quad (13)$$

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

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

$C_э$ – тарифная цена за 1кВт·час, $C_э = 5,8$ руб.;

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

Мощность, потребляемая оборудованием, определяется по формуле:

$$P_{об} = P_{уст. об} \cdot K_c, \quad (14)$$

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

$P_{уст. об}$ – установленная мощность оборудования, кВт;

K_c – коэффициент спроса, зависит от количества загрузки групп электроприемников, для технологического оборудования малой мощности, $K_c = 1$

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 25.

Таблица 25 - Затраты на электроэнергию для технологических целей.

Наименование оборудования	Время работы оборудования, час, $t_{об}$	Потребляемая мощность, $P_{об}$, кВт	Затраты, $\mathcal{E}_{об}$, руб.
Микроскоп «ЛабoМет – И»	8	0,22	10,2
Гидравлический пресс «Р-20»	3	-	0
Камерная вакуумная печь типа СНВЭ	10	4,4	255,2
Муфельные печи сопротивления ЭКПС (тип СНОЛ)	10	4,4	255,2

Наноиндентор G200	12	0,22	15,3
Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»	4	4,4	102
Лабораторные весы типа Вул-250	2	0,22	2,55
Итого	640,45 руб.		

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

4.4.1 Оценка сравнительной эффективности исследования

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования (таблица 26).

Таблица 26 - Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

ПО Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Сложность технологии	0,15	3	3	3
2. Физико - химические свойства	0,35	5	5	4
4. Энергосбережение	0,25	5	5	5
5. Материалоемкость	0,25	5	2	2
Итого	1			

$$I_{\text{тп}} = 3 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,35 + 5 \cdot 0,25 + 5 \cdot 0,25 = 4,7$$

$$\text{Аналог 1} = 3 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,35 + 5 \cdot 0,25 + 2 \cdot 0,25 = 3,95$$

$$\text{Аналог 2} = 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,35 + 5 \cdot 0,25 + 2 \cdot 0,25 = 3,6$$

Из приведенных расчетов выявлено, что текущий проект по интегральному показателю ресурсоэффективности вариантов является выгодным и превосходит аналоги. Так как данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным. В целом, данный проект является перспективным с точки зрения ресурсопотребления, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования местных недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых физико-механических характеристик.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4БЗ1	Ларицкий Виктор Вячеславович

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

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p>1. <i>Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) - опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) - негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) - чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера) 	<p><i>В качестве вредных факторов на рабочем месте рассмотрены: микроклимат; шум; освещение; вибрация, вредные вещества;</i></p> <p><i>В качестве опасных факторов на рабочем месте рассмотрены: электробезопасность; пожарная безопасность; механические опасности (движущие машины, механизмы).</i></p> <p><i>На производительность труда инженера-исследователя, могут влиять следующие вредные производственные факторы: неблагоприятные условия микроклимата, повышенный уровень электромагнитных излучений. Кроме того, работник может подвергаться действию опасных факторов: поражение электрическим током, возникновение пожаров в результате короткого замыкания, термические опасности. Негативное воздействие на окружающую среду в процессе работы практически отсутствует.</i></p>
<p>2. <i>Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме</i></p>	<p><i>ГОСТ 12.1.005-88; СНиП II-4-7; СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03; ГОСТ 12.0.003-74; ГОСТ 12.1.038-82; ГОСТ 12.1.030-8;1; ГОСТ 12.2.032-78; СН 245-7; СП 2.2.1.1312-03; СНиП 2.01.02-85</i></p>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. <i>Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; - действие фактора на организм человека; - приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); - предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства) 	<p><i>Работа проводилась в помещении с нормальным уровнем освещения (люминесцентные лампы с суммарным уровнем освещенности не ниже 300 люкс в соответствии со СНиП 23-05-95). Возможен повышенный уровень шума при превышении номинального режима работы прессы (более 5-7 ДБА, ГОСТ 12.1.003-83). Уровень вибраций снижен до допустимого минимума (установка находится на виброизоляционной подставке с резиновыми ножками).</i></p>
<p>2. <i>Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - механические опасности (источники, средства защиты); - термические опасности (источники, средства защиты); - электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); - пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения) 	<p><i>При выполнении работ возможно короткое замыкание электропроводок (внешние электропроводки с ПВХ изоляцией в ПВХ оболочке). В связи с этим в электрическую цепь установлены автоматические выключатели, имеющие все необходимые механизмы для разрыва цепи (электромагнитный, тепловой и др. расцепители), а также в помещении имеется углекислотный огнетушитель. Вся электрическая</i></p>

	цель помещения оснащена заземлительным контуром, выполненным в соответствии с ГОСТ 12.2.020-76.нагретых поверхностей.
3. Охрана окружающей среды: - защита селитебной зоны - анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); - анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы) - анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); - разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.	В качестве источника влияния на окружающую среду рассмотрена утилизация отработанных люминесцентных ламп.
4. Защита в чрезвычайных ситуациях: - перечень возможных ЧС на объекте; - выбор наиболее типичной ЧС; - разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; - разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; - разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий	Для повышения устойчивости объекта к пожарам необходимо использовать огнеупорные материалы, а также ознакомить персонал с режимом работы объекта в случае возникновения ЧС и обучить выполнению конкретных работ по ликвидации очагов поражения. Предусмотренные средства пожаротушения (согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02-85): огнетушитель ручной углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре). Кроме того, каждое помещение оборудовано системой противопожарной сигнализации.
5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: - специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны	Пожарная безопасность обеспечивается системой предотвращения пожара и системой пожарной защиты. Во всех служебных помещениях обязательно должен быть "План эвакуации людей при пожаре", регламентирующий действия персонала в случае возникновения очага возгорания и указывающий места расположения пожарной техники.
Перечень графического материала:	
При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров).	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент кафедры	Раденков Тимофей Александрович			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Б31	Ларицкий Виктор Вячеславович		

5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Основной целью управления безопасностью труда является организация работы по обеспечению безопасности, снижению аварийности и травматизма, профессиональных заболеваний, улучшению условий труда сотрудников на основе комплекса задач по созданию безопасных и безвредных условий труда.

Безопасностью труда называют состояние условий труда, при котором исключено воздействие на работающих опасных и вредных производственных факторов. Условия труда – это совокупность факторов производственной среды, оказывающих влияние на здоровье и работоспособность человека в процессе труда.

Работа выполнялась в лаборатории порошковой металлургии (НИ ТПУ корпус №8). Рабочей зоной являлось помещение лаборатории площадью 24 м², в котором находился пресс (Разрывная машина Р-20) для прессования металлических порошков.

В данной бакалаврской выпускной работе рассмотрены безопасность и экологичность рабочего места. Безопасность включает в себя влияние опасных и вредных факторов, их анализ и меры их профилактики, охраны окружающей среды и защита в ЧС.

5.1 Анализ вредных факторов

5.1.1 Микроклимат на рабочем месте

Под метеорологическими условиями производственной среды согласно ГОСТ 12.1.005-88 понимают сочетание температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха. Перечисленные факторы оказывают большое влияние на функциональную деятельность человека, его самочувствие и здоровье, а также на надежность работы.

С целью создания нормальных условий для персонала установлены нормы производственного микроклимата (ГОСТ 12.1.005-88). Эти нормы рекомендуют оптимальные и допустимые величины температуры,

влажности и скорости движения воздуха для рабочей зоны производственных помещений с учетом избытка явного тепла, тяжести выполняемой работы и сезонов года.

Работы делятся на 3 категории тяжести на основании общих энергозатрат организма. Работа, относящаяся к инженерам – разработчикам, относится к категории легких работ 1а. оптимальные значения микроклимата для этого случая представлены в таблице 27.

Таблица 27 – Допустимые параметры микроклимата на рабочих местах производственных помещений.

Период года	Категория работы	Температура воздуха, °С		Относительная влажность, %		Скорость движения воздуха, м/с	
		Опти	Допуст	Оптим	Допуст	Оптим	Допуст
Холодный	Легкая 1а	20-22	24-25	40-60	15-75	0,1	0,1
Теплый	Легкая 1а	21-23	25-28	40-60	15-75	0,1	0,2

Для обеспечения нормальных условий труда санитарные нормы СанПин 2.2.1/2.1.1.1031-01 устанавливают, что на одного рабочего должно приходиться 4,5 м² площади помещения 20 м³ объема воздуха.

Помещение лаборатории имеет следующие параметры:

- длина помещения - 6 м;
- ширина - 4 м;
- высота - 3 м.

Исходя из этих параметров, площадь данного помещения составляет:

$$S = 6 \cdot 4 = 24 \text{ м}^2;$$

объем:

$$V = 6 \cdot 3 \cdot 4 = 72 \text{ м}^3.$$

В лаборатории работает 2 человека. Значит, на каждого человека приходится 12 м² рабочей площади и 36 м³ объема воздуха. Это удовлетворяет санитарным нормам.

5.1.2 Шум на рабочем месте

Шум является одним из наиболее распространенных факторов внешней среды, неблагоприятно воздействующих на организм человека и на его нервную систему. У человека ослабляется внимание, ухудшается память. Все это приводит к значительному снижению производительности труда, росту количества ошибок в работе.

При работе в данной лаборатории шум возникает при воздействии внешних факторов – пресс.

Уровни шума в помещениях не должны превышать значений установленных СН 2.2.4/2.1.8.562-92, замер шума проводится не реже двух раз в год.

Общие требования безопасности для некоторых мест приведены в таблице 28.

Таблица 28 – Допустимые уровни звукового давления и эквивалентного уровня звука.

Рабочие места	Уровни звукового давления, дБ, в октавных полосах со среднегеометрическими частотами, Гц									Уровни звука и эквивалентные уровни звука, дБА
	31,5	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000	
Помещения лабораторий для проведения экспериментов	103	91	83	77	73	70	68	66	64	75

Шумовая нагрузка прессы, не более, 75дБ

Согласно ГОСТ 12.1.003-83 уровень шума в помещениях лабораторий для проведения экспериментов должен составлять 75 дБА.

Снижение шума, создаваемого на рабочем месте прессом, а также шума, проникающего извне, осуществляется следующими методами: рациональная планировка помещения и уменьшением шума по пути его распространения, акустическая обработка помещения, при повышении шума

выше допустимых норм работникам следует надевать шлемофоны. Общие требования безопасности шума предусматриваются ГОСТ 12.1.003-83.

5.1.3 Вибрация на рабочем месте.

При работе в данной лаборатории вибрация возникает при воздействии внешнего фактора - пресс.

Вибрация относится к факторам, обладающим высокой биологической активностью. Выраженность ответных реакций обуславливается главным образом силой воздействия и биомеханическими свойствами человеческого тела как сложной колебательной системы.

Нормирование вибраций и классификация средств защиты от них осуществляются в соответствии с ГОСТ 12.1.012-90. «ССБТ. Вибрационная безопасность. Общие требования».

Общие требования безопасности для некоторых мест приведены в таблице 29.

Таблица 29 – Гигиенические нормы уровней виброскорости.

Вид вибрации	Допустимый уровень виброскорости, дБ, в октавных полосах со среднегеометрическими частотами, Гц										
	1	2	4	8	16	31,5	63	125	250	500	1000
В служебных помещениях, конструкторских бюро, лабораториях	-	91	82	76	75	75	75	-	-	-	-

В качестве средств защиты от вибрации в лаборатории использована виброизоляция (установка находится на виброизоляционной подставке с резиновыми ножками), также применено рациональное размещение работающего оборудования.

5.1.4 Вредные вещества

В данной работе в технологические процессы вовлекаются такие вещества, как порошки вольфрама молибдена, никеля и кобальта.

Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны указаны в таблице 30.

Таблица 30 – Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Наименование вещества	Величина ПДК, мг/м ³	Класс опасности
Алюминия нитрид	-/6	4
Алюминий и его сплавы	6/2	3
Никель	0,05	1
Кобальт	0,05/0,01	1

Порошки вольфрама не образуют токсичных соединений на воздухе и в воде, но возможно раздражение кожного покрова, глаз, может вызвать бронхиальную астму и расстройство кишечного тракта.

Порошки кобальта и никеля способны вызывать аллергические заболевания в производственных условиях.

При работе с порошками необходимо использовать защитную одежду (резиновые перчатки, фартук, очки).

5.1.5 Освещение на рабочем месте

В связи с тем, что проведение экспериментов занимает длительное время, работать в помещении лаборатории приходится как при дневном свете, так и в темное время суток, что неизбежно обуславливает необходимость использования искусственного освещения.

Основными показателями, определяющими выбор ламп при проектировании светильной установки, следует считать:

- а) конструктивное исполнение ламп с учетом условий среды;
- б) светораспределение ламп;
- в) экономичность ламп.

Основными источниками света являются люминесцентные лампы. В помещении лаборатории используются лампы белого цвета.

ЛБ-для нормальных помещений с хорошим отражением потолка и стен, допускаются при умеренной влажности и запыленности.

Основные требования и значения нормируемой освещенностей рабочих поверхностей изложены в строительных нормах и правилах СНиП 23-05-95, выбор освещенности осуществляется в зависимости от размера

объекта различения, контраста объекта с фоном, характеристики фона. Для того, чтобы установить в каждом конкретном случае все перечисленные предметы, необходимо знание особенностей зрительной задачи на данном рабочем месте.

Работа инженера-исследователя имеет третий разряд точности, т.е. при выполнении работ происходит большая нагрузка на органы зрения человека. Согласно нормам СНиП 23-05-95 регламентируется максимальная искусственная освещенность рабочих мест в 400 лк при общем освещении. Разряд зрительной работы 1г.

Получение из СНиП П-4-79 величина освещенности корректируется с учетом коэффициента запаса, т.к. со временем за счет загрязнения светильников и уменьшения светового потока ламп снижается освещенность. Значения коэффициента запаса K_3 , выбираемого для помещения с малым выделением пыли (лаборатории имеются сита, которые не используются каждый день). При люминесцентных лампах $K_3 = 1,5$.

5.2 Анализ опасных факторов

5.2.1 Механические опасности

К самостоятельной работе при работе на прессах допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинский осмотр, а также вводный инструктаж, инструктаж по пожарной безопасности, первичный инструктаж на рабочем месте, обучение безопасным методам и приемам труда не менее чем по 10 часовой программе.

Для предотвращения механических опасностей во время работы необходимо:

Быть внимательным, не отвлекаться на посторонние дела и разговоры, не отвлекать других. Включать пресс на рабочий ход только после того, как заготовка будет правильно уложена в штамп, а руки выведены из опасной зоны.

Конструкция штампа должна обеспечивать устойчивое положение заготовки и устойчивое положение штампа при его хранении и

транспортировке. При движении ползуна пресса не поправлять заготовку, даже если она неправильно уложена, в этом случае быстро выключить пресс. При укладке заготовок, снятии штампованных деталей и отходов с помощью пинцета держать пинцет возможно ближе к концу рукоятки, чтобы рука находилась за пределами опасной зоны штампа. При укладке заготовок и снятии деталей массой 20 кг и более пользоваться специальными грузоподъемными механизмами. При укладке заготовок и снятии деталей со штампа не держать ногу на педали включения пресса. Следить, чтобы педаль пресса была ограждена, и не произошло самовключения пресса от случайно упавших на нее деталей или инструмента. Включение пусковой кнопки или педали пресса производить до отказа, так как небрежное включение может вызвать сдвоенный ход ползуна. Укладку заготовок в штампы производить только при полной остановке ползуна в верхнем положении.

Не производить самостоятельно наладку и исправления при работе пресса. Смазку рабочих частей штампа и листового металла производить только специальными кистями или устройствами для этих целей, смазку производить при выключенном прессе.

Уборка отходов от пресса должна производиться регулярно и только при выключенном двигателе и полной остановке приводного механизма. На время работы пресса не открывать и не снимать кожухов, ограждений и предохранительных устройств.

Выполняя работы совместно с несколькими лицами, согласовывать свои действия с действиями других рабочих.

Не прикасаться к токоведущим частям оборудования, электрораспределительным щитам, шкафам, арматуре общего освещения; не наступать на переносные электрические провода, шланги, лежащие на полу.

В лаборатории для защиты механического травмирования используется оградительное устройство.

5.2.2 Электрическая безопасность

Одной из особенностей поражения электрическим током является отсутствие внешних признаков грозящей опасности, которые человек мог бы заблаговременно обнаружить с помощью органов чувств.

Ток приводит к серьезным повреждениям центральной нервной системы и таких жизненно важных органов как сердце и легкие. Поэтому второй особенностью воздействия тока на человека является тяжесть поражения.

Третья особенность поражения человека электрическим током заключается в том, что токи промышленной частоты силой в 10-15 мА способны вызвать резкую интенсивные судороги мышц.

Окружающая среда (влажность и температура воздуха, наличие заземленных металлических конструкций и полов, токопроводящей пыли и др.) оказывает дополнительное влияние на условия электробезопасности. Степень поражения электрическим током во многом зависит от плотности и площади контакта человека с токоведущими частями.

По условиям электробезопасности установки, используемые при выполнении магистерской диссертации, относятся к категории установок, работающих с напряжением до 1000 В. Устройства относятся к 1 классу, так как имеет рабочую изоляцию и место для заземления. В системе, в соответствии с ГОСТ 12.1 009-76, применяется рабочая изоляция.

Безопасность эксплуатации при нормальном режиме работы установок обеспечивается следующими защитными мерами:

1. применение изоляции;
2. недоступность токоведущих частей;
3. применение малых напряжений;
4. изоляция электрических частей от земли.

Зануление электрооборудования произведено медным проводом сечением 1,5 мм, покрытым изоляционным слоем лака для защиты от окисления.

Согласно ГОСТ 12.1.038-82 предельно допустимые уровни напряжения прикосновения и токов, воздействию которых человек может подвергаться в процессе работы с электрооборудованием, составляют для установок в нормативном режиме: для постоянного тока - не более 0,8 В и 1 мА соответственно, для переменного тока (частота 50 Гц) - не более 2,0 В и 0,3 мА соответственно.

5.2.3 Пожарная безопасность

Помещение лаборатории по степени пожарной опасности (ППБ-03) относится к категории Д (производства связанные с обработкой негорючих веществ и материалов в холодном состоянии). Взрывопожароопасность лаборатории по ПЭУ относится к категории помещения без повышенной опасности.

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

Причины возникновения пожара неэлектрического характера:

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

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

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

- а) сотрудники лаборатории должны пройти противопожарный инструктаж;
- б) сотрудники обязаны знать расположение средств пожаротушения и уметь ими пользоваться;

в) необходимо обеспечить правильный тепловой и электрический режим работы оборудования;

г) пожарный инвентарь и первичные средства пожаротушения должны содержаться в исправном состоянии и находиться на видном и легкодоступном месте.

Согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02-85 предусмотреть средства пожаротушения: огнетушитель ручной углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре).

5.2.4 Охрана окружающей среды

В лаборатории используются люминесцентные лампы. Выбрасывать их в общие контейнеры с мусором категорически запрещено, так как это наносит непоправимый урон окружающей среде.

Люминесцентные энергосберегающие лампы дневного света содержат ртуть, поэтому они требуют тщательной утилизации. Ртуть относится к первому классу опасности, а в энергосберегающих лампах она находится в парообразном состоянии. Поэтому если разбить такую лампу, то ртуть легко распространиться по воздуху и попадет в организм человека, где она будет накапливаться и наносить непоправимый вред здоровью.

Для вывоза ртутьсодержащих лампочек обычно используются специализированные фургоны, часто оснащенные специальным гидравлическим лифтом.

Для утилизации ламп применяется, как правило, способ демеркуризации (мокрое измельчение ламп с одновременной их отмывкой в специальном растворе). Также утилизация отработанных ламп может осуществляться и другими способами: термическим, гидрometаллургическим, термовакуумный или вибро-механическим методом.

Правильная утилизация люминесцентных ламп благоприятно влияет на экологическую ситуацию и дает гарантию, что наши родные и близкие не пострадают от выброшенной в мусор лампочки.

5.2.5 Защита в чрезвычайных ситуациях.

В лаборатории порошковой металлургии наиболее вероятно возникновение чрезвычайных ситуаций (ЧС) техногенного характера.

На случай возникновения чрезвычайной ситуации (землетрясение, наводнение, пожары, химическое либо радиоактивное заражение и т.п.) должен быть предусмотрен следующий комплекс мероприятий:

- рассредоточение и эвакуация;
- укрытие людей в защитных сооружениях;
- обеспечение индивидуальными средствами защиты;
- организация медицинской помощи пострадавшим.

В чрезвычайной обстановке особенно важное значение имеют сроки эвакуации людей за пределы зон возможного поражения или разрушений. В наиболее короткие сроки эвакуацию можно провести комбинированным способом, который заключается в том, что при его применении массовый вывод населения пешим порядком сочетается с вывозом некоторых категорий населения (пенсионеры, инвалиды, больные и т.д.) всеми видами имеющегося транспорта.

Рассредоточение и эвакуация населения комбинированным способом осуществляется по территориально-производственному принципу. Это значит, что вывод населения организуется через предприятия, учреждения, учебные заведения и домоуправление по месту жительства.

Ведение спасательных работ в районах производственных аварий существенно различаются в зависимости от размеров и опасности аварий и катастроф. Однако, ряд требований к организации спасательных работ является общим.

Работы надо начинать немедленно, чтобы не дать возможности

аварии разрастись до катастрофических размеров. Очень важно обеспечить общественный порядок, что даст возможность свободному прибытию формирований гражданской обороны (ГО) к месту аварий. Формирования охраны общественного порядка должны приступить к работе в первую очередь.

Очень важны действия аварийно-технических формирований, которые немедленно должны отключить еще не поврежденные энергетические и коммунально-технические сети для локализации аварии.

Спасательные формирования ГО должны как можно быстрее приступить к работам по спасению людей, действуя совместно с формированиями ГО медицинской службы.

При недостатке сил своего объекта для спасательных работ распоряжением старшего начальника могут привлекаться территориальные формирования ГО и другие силы. Чем организованней, быстрее сработают все подразделения различных служб, тем меньше материального ущерба и человеческих жизней унесет авария.

Неотъемлемой частью комплекса защитных мероприятий на рабочем месте является мероприятия, направленные на обеспечение противопожарной безопасности. Используемый технологический процесс в условиях лаборатории порошковой металлургии согласно СНиП 11-2-80 относится к категории Д, так как использует негорючие вещества в холодном состоянии. В данном случае источником возгорания может оказаться неисправность и неправильная эксплуатация электроустановок.

Помещение лаборатории по степени пожарной опасности (ППБ-03) относится к категории Д (производства связанные с обработкой негорючих веществ и материалов в холодном состоянии). Взрывопожароопасность лаборатории по ПЭУ относится к категории помещения без повышенной опасности.

Предусмотренные средства пожаротушения (согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02-85): огнетушитель ручной

углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре). Кроме того, каждое помещение оборудовано системой противопожарной сигнализации.

Основными мероприятиями, обеспечивающими успешную эвакуацию людей и имущества из горящего здания, являются:

- составление планов эвакуации;
- назначение лица, ответственного за эвакуацию, которое должно следить за исправностью дверных проемов, окон, проходов и лестниц;
- ознакомление работающих в лаборатории сотрудников с планом эвакуации, который должен висеть на видном месте.

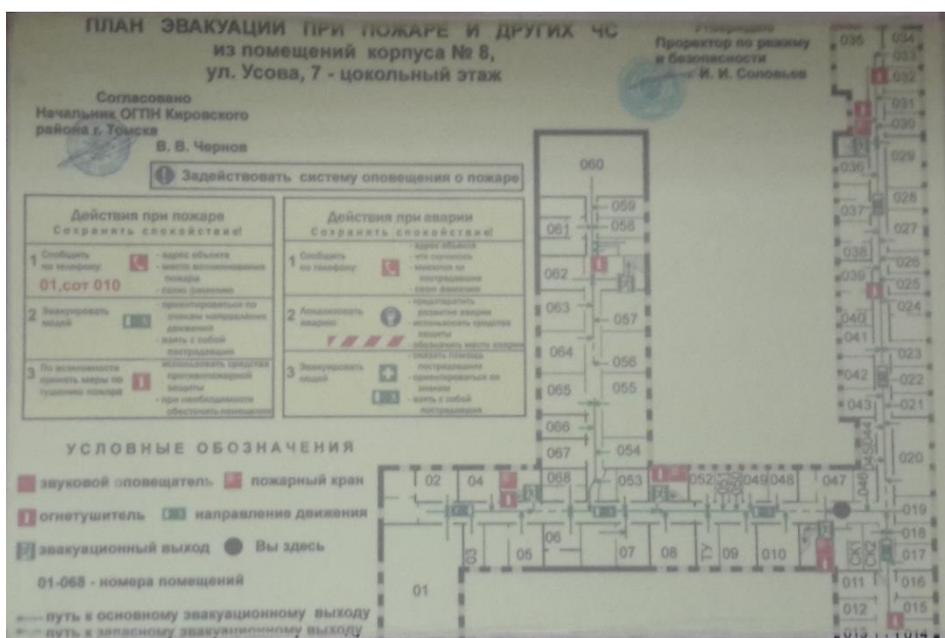


Рисунок 29 – План эвакуации при пожаре

5.3 Организационные мероприятия

Рабочая зона – пространство высотой до 2 м от уровня пола или площадки, на котором находятся места постоянного или временного пребывания работников.

Находясь на своем рабочем месте, т.е. в производственной среде, человек может подвергаться действию целого ряда опасных и (или) вредных производственных факторов, от действия которых он должен быть

максимально защищен. В соответствии с ГОСТ 12.2.061-81 «Оборудование производственное.

Для нормального проектирования трудового процесса инженера-исследователя необходимо выполнение комплекса гигиенических требований (микроклимат, достаточная освещенность, отсутствие шума на рабочем месте, соответствующая температура и относительная влажность воздуха), приведенных в таблице.

Одним из факторов комфортности рабочей среды является организация рабочего места. Рабочее место должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032-7.

Среди технических требований к рабочему месту инженера - исследователя особенно важным является требование к освещенности, которая значительно влияет на эффективность трудового процесса. Поэтому необходимо обеспечить оптимальное сочетание общего и местного освещения. Естественное освещение должно удовлетворять СНиП 23-05-95.

В соответствии с характером выполняемых работ, освещенность рабочего места СНиП 23-05-95 должна быть 200 лк – общая освещенность и 300 лк – комбинированное освещение.

Серьезное влияние на работоспособность инженера-исследователя оказывает шум в рабочем помещении, источниками которого могут быть вентиляторы охлаждения приборов, двигатели вытяжной вентиляции и т. п. В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.003-83 для удовлетворительной работы допускается уровень звукового давления <99 дБ (для частоты 63Гц) и <74 дБ (для 8 кГц).

В соответствии с СН-245-71 в помещении должен быть организован воздухообмен. Это осуществляется с помощью вентиляции.

С точки зрения электробезопасности (ГОСТ 12.1.030-81), оборудование, запитываемое напряжением выше 42В, должно быть заземлено или занулено. Кроме того, обязательно должна быть

предусмотрена возможность быстрого отключения напряжения с распределительного щита.

Заключение

В данной работе были исследованы структура и физико-механические свойства спеченной керамики на основе диоксида циркония. Были измерены модуль нормальной упругости и нанотвердость методом наноиндентирования. Для определения прочности спеченной керамики был применен метод «Scratch Testing» с использованием уникального прибора Nanoindenter G 200. Получены оптические фотографии микрошлифов, подвергнутых термическому травлению в окислительной атмосфере при температуре 1200°C. В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Показано, что методика наноиндентирования и скреч-тестинга является эффективным средством оценки физико-механических характеристик спеченных керамических материалов, обладающим высокой степенью достоверности результатов.

2. Дополнительная обработка спеченной частично-стабилизированной циркониевой керамики состава $ZrO_2 - 5\% Y_2O_3$ в азотсодержащей плазме тлеющего разряда приводит к существенному повышению ее прочности. Эффект упрочнения керамики можно объяснить образованием в процессе обработки оксинитридных фаз типа $Zr(ON)_x$, который могут являться барьером для распространения закритических трещин.

3. Оптимальным сочетанием жесткости, твердости и прочности ($E_{IT}=277,9$ ГПа, $H_{IT}=14387$ МПа, $\sigma=592,3$ МПа) обладает керамическая композиция доэвтектического состава $80\% Al_2O_3 - 19\% ZrO_2 - 1\% Y_2O_3$, уровень свойств которой превосходит характеристики промышленной режущей микролитовой керамики ЦМ-332.

4. Показано, что образцы исследованных керамик имеют низкую пористость – не более 4 %. Пористость определялась как отношение

площади пор (темная составляющая на микрошлифах) к площади исследуемого поля зрения.

Список используемых источников

1. Калинович Д.Ф., Кузнецова Л.И., Денисенко Э.Т. Диоксид циркония: свойства и применение // Порошковая металлургия.-1987.-№1.-с.98-102.
2. Балкевич В. Л. Техническая керамика: Учеб. пособие для втузов. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Стройиздат, 1984. – 256 с
3. Матренин С.В, Слосман А.И. // Техническая керамика: Учебное пособие – Томск: Изд-во ТПУ, 2004.
4. Матренин С.В // Испытание стали на растяжение: Методическое указание по выполнению лабораторных работ по курсу «Неметаллические материалы» для студентов направления 150600 – Материаловедение и технологии новых материалов. – Томск: Изд. ТПУ, 2009. – 24 с.
5. Анциферов В.Н., Бобров Г.В. и др. / Под ред. Митина Б.С. Порошковая металлургия и напылённые покрытия. Учеб. пособие для вузов. – М.: Металлургия, 1987. – 792 с.
6. Балкевич В. Л. / Техническая керамика. Учеб. пособие для втузов. – 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Стройиздат, 1984. – 256 с.
7. Окадзаки К. / Технология керамических диэлектриков: Пер. с японского. М: Энергия, 1976. - 336с
8. Попильский Р.Я., Пивинский Ю.Е. / Прессование порошковых керамических масс. М.: Металлургия, 1983. - 176 с.
9. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, З.Г. Бикбаева / Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 212 с.
10. Центральный металлический портал: // Полезные статьи / Порошковая металлургия / Спекание порошковых материалов и их свойства. 2012 - 2014. URL: http://metallischekiy-portal.ru/articles/porochmet/spekanie_porochk_materialov_i_svoistva. (Дата обращения: 24.04.2015).

11. Скороход В.В., Солонин С.М. Физико-металлургические основы спекания порошков / М., 1984. 158 с.
12. Лякишев Н.П., Алымов М.И. Получение и физико-механические свойства объемных нанокристаллических материалов. Российская академия наук (РАН); Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова. М.: Элиз, 2007. 150 с.
13. Савицкий А.П. Жидкофазное спекание систем с взаимодействующими компонентами / под ред. Э.В. Козлова. Новосибирск : Наука, 1991. 184 с.
14. Степанов Ю.Н., Алымов М.И. Расчет скорости усадки на первой стадии спекания компактов из ультрадисперсных порошков // ФХОМ. 2001. №6. с.76-78
15. Степанов Ю.Н., Алымов М.И., Мальтина Е.И. Ультрадисперсные металлические порошки: модель начальной стадии спекания // Металлы. 1995. №1. с.127-132
16. Степанов Ю.Н., Алымов М.И., Евстратов Е.И. Влияние температуры на скорость усадки компактов из наночастиц // Физика и химия стекла. 2005. Т.31. №3. С.452-455
17. Опыт обобщенной теории спекания. / Под ред. Г.В. Самсонова и М.М. Ристича. – Белград: Международная группа по изучению спекания, 1974. – 285 с.
18. Хермель В., Кийбак Б., и др. / Под ред. Скорохода В.В. Процессы массопереноса при спекании. – Киев: Наукова Думка, 1987. – 152 с.
19. Orru R., Licheri R., Locci A.M., Cincotti A., Cao G. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering // Materials Science and Engineering. — 2009. — R 63. — P. 127—287.

20. O'Brien R.C., Ambrosi R.M., Bannister N.P., Howe S.D., Atkinson H.V. Spark Plasma Sintering of simulated radioisotope materials within tungsten cermets // *Journal of Nuclear Materials*. — 2009. — V. 393. — P. 108—113
21. Сайт НИТУ "МИСиС", раздел оборудование. 2015. URL: <http://www.misis.ru/tabid/2773/Default.aspx>. (Дата обращения: 24.02.2015).
22. Сайт компании Tokyo Voeki Technology, раздел научное оборудование. 1959—2015. URL: http://tokyoboeki.ru/?page_id=548. (Дата обращения: 24.12.2014).
23. Наука в Сибири /Еженедельная газета сибирского отделения российской академии наук. URL: <http://www-sbras.nsc.ru/HBC/article.phtml?nid=620&id=12>. (Дата обращения: 24.12.2014).
24. Сайт компании Техноинфо Лтд , раздел Thermal Technology. 2007 - 2008. URL: <http://www.technoinfo.ru/catalog/138.html>. (Дата обращения: 24.12.2014).
25. Tokita M. Mechanism of Spark Plasma Sintering // *J. Material Science*. — 2004. — V. 5, № 45. — P. 78—82.
26. Лукин Е.С. Современная высокоплотная оксидная керамика с регулируемой микроструктурой. Ч.4. Технологические методы получения высокодисперсных порошков для многокомпонентной оксидной керамики // *Огнеупоры и техническая керамика*. — 1986. — № 9. — С. 2-10.
27. Охрана труда в электротехнической промышленности: Методическое пособие/ сост. Чекалин Н.А. Москва, 1979 г.
28. Лабораторный практикум по дисциплине «Безопасность жизнедеятельности». Ю.А. Амелькович, Ю.В. Анищенко, М.В. Гуляев и др. // Томск: Издательство Томского политехнического университета, 2010. — 236 с.].
29. Сайт «РИА Новости»: [Электронный ресурс] // Классы опасности вредных веществ и отходов. Справка. 2014 – 2015. URL: <http://ria.ru/documents/20120326/606570176.html>. (Дата обращения:

27.05.2015).

30. СанПин 2.2.1/2.1.1.1278-03 «Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещённому освещению жилых и общественных зданий».

31. Федосова В.Д. Расчет искусственного освещения. Метод. указания. – Томск: Изд-во ТПУ, 1991. – 23с.

32. Сайт «Даграмма»: [Электронный ресурс] // Инструкция по охране труда при работе на прессах. 2015. URL: <http://www.diagram.com.ua/info/ohrana/toi/889.shtml>. (Дата обращения: 27.05.2015).

33. НПБ 105-03 «Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности».

34. Сайт «Студопедия – Ваша школопедия»: [Электронный ресурс] // Пожарная безопасность http://studopedia.ru/6_115917_pozharnaya-bezopasnost.html. (Дата обращения: 08.06.2015).

35. Об охране окружающей среды: Федеральный закон № 7-ФЗ от 22 августа 2004 г. – 37 с.