

**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

**МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ**

<b>Тема работы</b>
Композиционные материалы нового поколения на основе оксида алюминия с добавками диборида и оксида циркония.

УДК 621.763:661.86/.88

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5В	Грикова Анастасия Андреевна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Григорьев Михаил Владимирович	к.т.н.		

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Петухов Олег Нико- лаевич	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

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

Консультант-лингвист

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподава- тель	Квашнина Ольга Сергеевна			

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Материаловедение в машиностроении	Панин С.В.	Д.т.н., про- фессор		

Томск – 2017 г

## Планируемые результаты обучения

<b>Код результата</b>	<b>Результат обучения (выпускник должен быть готов)</b>
P1	Осуществлять сбор, анализ и обобщение научно-технической информации в области материаловедения и технологии материалов с использованием современных информационно-коммуникационных технологий, глобальных информационных ресурсов
P2	Применять глубокие математические, инженерные, естественно-научные знания для сознания и обработки новых материалов
P3	Разрабатывать новые технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов
P4	Внедрять системы управления качеством продукции в области материаловедения, эксплуатировать оборудование, позволяющее диагностировать материалы
P5	Самостоятельно осваивать новые методы исследования, изменять научный, научно-педагогический и производственный профиль своей профессиональной деятельности
P6	Соблюдать правила охраны окружающей среды, здоровья и безопасности в лаборатории и на производстве
P7	Демонстрировать глубокие знания в области социальных, этических аспектов инноваций инженерной 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 В. Е.

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ5В	Грикова Анастасия Андреевна

Тема работы:

Композиционные материалы нового поколения на основе оксида алюминия с добавками диборида и оксида циркония

Утверждена приказом директора ИФВТ

Приказ № \_\_\_\_\_ от  
\_\_\_\_\_

Срок сдачи студентом выполненной работы:

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<b>Исходные данные к работе</b>	Цель исследования – получить композит на основе оксида алюминия и добавок в него диоксида циркония и диборида циркония, и исследовать его структуру и физико-механические свойства. Объектом исследования является серия образцов композита $Al_2O_3 - ZrB_2$ , полученных методом горячего прессования (ГП) в среде аргона и азота.
---------------------------------	--

<b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Выявить оптимальный режим горячего прессования для получения композитов с минимальной пористостью.</li> <li>2. Провести исследование микроструктуры полученных образцов композита <math>Al_2O_3 - ZrB_2</math>, и определить параметры структурных элементов.</li> <li>3. Провести исследование механических свойств композитов <math>Al_2O_3 - ZrB_2(ZrO_2, SiC)</math> и оценить влияние структуры на параметры твердости и вязкости разрушения.</li> </ol>
<b>Перечень графического материала</b> <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	

**Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы**

*(с указанием разделов)*

Раздел	Консультант
<i>Финансовый менеджмент</i>	Петухов Олег Николаевич
<i>Социальная ответственность</i>	Раденков Тимофей Александрович
<i>Иностранный язык</i>	Квашнина Ольга Сергеевна

**Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке:**

Введение
Композиционные материалы на основе оксида алюминия, структура, свойства, применение
Материалы и методика эксперимента

<b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b>	1.02.17
---	---------

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Григорьев М.В.	к.т.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5В	Грикова А.А.		

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 102 страниц, 17 рисунков, 27 таблиц, 38 источников.

Ключевые слова: композиционные материалы, оксид алюминия, диборид циркония, горячее прессование, структура и физико-механические свойства.

Объектом исследования является серия образцов композита  $Al_2O_3 - ZrB_2$ , полученных методом горячего прессования (ГП) в среде аргона и азота. Вторая серия образцов содержала оксид алюминия и диборид циркония в который добавили 30 об.% карбида кремния.

Цель исследования – получить трехкомпонентный композит на основе оксида алюминия и добавок в него диоксида циркония и диборида циркония, и исследовать его структуру и физико-механические свойства.

Проведены исследования элементного и фазового состава. Методом рентгеновской дифракции были получены данные о параметрах кристаллического строения и фазовом составе композитов. Структуру после ГП изучали методом оптической и растровой электронной микроскопии. Прочностные свойства материала характеризовали микротвердостью по Виккерсу и вязкостью разрушения.

В результате исследования установлено, что при горячем прессовании керамических композитов  $Al_2O_3-ZrB_2-ZrO_2$  происходит окисление диборида циркония с последующим испарением через газовую фазу до 10% от исходного содержания. Показано, что добавка карбида кремния блокирует процесс окисления диборида циркония, в результате чего, методом горячего прессования в среде азота, при температуре спекания  $1800^\circ C$  и выдержке 5 минут, удалось получить композиты системы  $Al_2O_3-ZrB_2(SiC)$  с ультрамелкозернистой структурой и минимальной пористостью.

Рентгенофазовый анализ показал, что в результате горячего прессования композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrB}_2(\text{SiC})$ , их исходный фазовый состав сохраняется. Растровая электронная микроскопия свидетельствует о равномерном распределении компонентов в матрице из оксида алюминия.

Показано, что твердость и вязкость линейно возрастают с увеличением температуры горячего прессования. Оптимальное сочетание механических свойств показал состав  $80\text{Al}_2\text{O}_3\text{--}20\text{ZrB}_2(\text{SiC})$  его твердость и вязкость разрушения составили 19.1 ГПа и  $5,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно.

## **ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ, НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

Композиционные материалы (КМ) – материалы искусственно созданные, которые могут состоять из двух и более компонентов. КМ состоят из матрицы и упрочняющих компонентов, создавая их можно получить новые материалы с улучшенными свойствами и структурой, при этом запроектированных заранее.

Горячее прессование (ГП) – процесс формирования материала из порошков, в котором сочетаются прессование и спекание. При таких условиях сила давления формования суммируется с силой поверхностного натяжения, обуславливающей обычное спекание, вследствие чего процесс спекания под давлением значительно активизируется и сокращается.

Ультрадисперсные порошки (УДП) – нанопорошки размеры частиц которых менее 2530 нм.

## Оглавление

1. Литературный обзор .....	9
1.1. $Al_2O_3$ .....	9
1.2. $ZrO_2$ .....	11
1.3. $ZrB_2$ .....	14
1.4. Методы получения композиционных материалов.....	15
1.5. Возможные механизмы упрочнения .....	18
1.6. Композиционные материалы на основе оксида алюминия, структура, свойства, применение.....	22
Постановка задачи.....	26
2. Экспериментальная часть.....	26
2.1. Материалы и методика эксперимента.....	28
2.2. Результаты исследования .....	31
2.2.1. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $Al_2O_3 - ZrB_2$ .....	31
2.2.2. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $Al_2O_3 - ZrB_2 - ZrO_2$ .....	40
2.2.3. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $Al_2O_3 - ZrB_2(SiC)$ .....	42
3. «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСООБЪЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ».....	52
4. «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ».....	78
Заключение .....	97
Список публикаций:.....	98
Список литературы: .....	99
Приложение II Раздела ВКР, выполненный на иностранном языке .....	103

## Введения

На сегодняшний день очень актуальна потребность в разработке материалов с улучшенными механическими свойствами и химической инертностью, а так же способных работать при высоких скоростях резанья. Керамические композиты являются одним из перспективных материалов в качестве режущего инструмента. Из-за их превосходных физических свойств, термической стабильности, высокой твердости и хорошей коррозионной стойкости.

Керамические композиты  $Al_2O_3-ZrO_2$  известны давно и широко используются в различных отраслях промышленности. Однако, композиты  $ZrO_2 - Al_2O_3$  уже не удовлетворяют современным требованиям машиностроения. Существуют работы, показывающие улучшение свойств керамических композитов на основе  $Al_2O_3-ZrO_2$  за счет добавления в них более тугоплавких и высококомодульных соединений типа  $WC$ ,  $TiC$ ,  $TiB_2$ ,  $ZrB_2$ ,  $ZrO_2$ , и  $SiC$  волокон [1,2]. Наибольший интерес вызывает  $ZrB_2$ , который является членом семейства материалов, известных как ультра-высокотемпературная керамика. В дополнение к своей высокой температуре плавления,  $ZrB_2$  имеет уникальное сочетание высокой твердости, химической стабильности, высокой электропроводности и теплопроводности, а также устойчив к эрозии / коррозии. В связи с этим, интерес представляют результаты, позволяющие создать трехкомпонентный композит  $Al_2O_3-ZrO_2-ZrB_2$  и выявить физические механизмы, обеспечивающих повышение прочности и трещиностойкости керамических материалов.

Актуальными на сегодняшний день направлением работ в области развития композиционных материалов, является создание керамических композиционных материалов нового класса обладающих высокой твердостью, химической инертностью способных выдерживать длительное воздействие агрессивных сред, высокого давления, с повышенной стойкостью к хрупкому разрушению и трещиностойкостью при температуре эксплуатации более 1600 градусов.

## 1. Литературный обзор

### 1.1. $\text{Al}_2\text{O}_3$

В массовой промышленности керамических композиционных материалов наиболее перспективным является использование сравнительно недорогого оксида алюминия. Керамические изделия на его основе широко применяются в самых различных сферах человеческой деятельности.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ – глинозем – является тугоплавким химическим соединением с ионно-ковалентным типом связи кристаллической решетки. Глинозем имеет несколько модификаций, а именно  $\alpha$ -,  $\beta$ - и  $\gamma$ -модификации, при этом  $\alpha$ - и  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  имеет вид чистого оксида алюминия, а  $\beta$ - модификация – соединение оксида алюминия со щелочными и щелочноземельными оксидами. Порошок оксида алюминия имеет белый цвет, температура плавления – 2044 °С, температура кипения – 2980 °С, плотность – 3,8-4,1 г/см<sup>3</sup> . Кристаллическая решетка корунда ромбоэдрическая.

В природе встречается только  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  в виде минералов корунда, рубина, сапфира, который кристаллизуется в тригональной сингонии. Кубический  $\gamma$ - и гексагональный  $\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  являются нестабильными модификациями, которые при нагреве свыше 1500°С переходят в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Керамика, содержащая более 95%  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  называется технической. Так же корундовую керамику называют: алюминооксид, корундиз, синоксоль, миналунд, М-7, 22ХС, микролит, сапфирит, поликор и др.

Получают ультрадисперсные порошки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  двумя способами:

1. Совместное осаждение гидроксидов (СОГ);
2. Плазмохимический синтез (ПХС).

Метод СОГ состоит в растворении солей алюминия, где  $\text{AlCl}_3$  в растворе аммиака и в дальнейшем выпадении образующихся гидратов в осадок. Процесс длительный, требует выдержки и происходит при низких температурах. Полученные, гидроксиды сушат и прокаливают, в результате образуется порошок

$\text{Al}_2\text{O}_3$  с размером частиц 10–100 нм. В технологии ПХС водный раствор  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  подается в сопло плазмотрона. В растворе образуются высокие температуры, тем самым это приводит к процессу синтеза и кристаллизации  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Частицы порошка имеют сферическую форму и размер 0,1–1 мкм. Для того чтобы получить устойчивую и плотную  $\alpha$ -модификацию, порошки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  перед формованием подвергают прокаливанию при температуре 1500°C. Глинозем для того чтобы получить техническую керамику необходимо измельчить до размеров 1–2 мкм.

Для порошков  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с дисперсностью 1–2 мкм без введения добавок температура спекания находится в пределах 1700–1750°C. При этом достигается плотность 3,7–3,85 г/см<sup>3</sup>, или относительная плотность 0,94–0,96. Для подобного уплотнения при дисперсности 2 мкм требуется уже температура 1750–1800°C, а при дисперсности около 5 мкм даже при 1850°C плотность составляет всего 0,82–0,84 от теоретической. Образцы из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  даже при температуре 1600°C и без увеличения размера зерна могут спекаться до высокой плотности 95%. Добавка  $\text{TiO}_2$  снижает температуру спекания корунда до 1500–1550°C. При этом образуется твердый раствор  $\text{TiO}_2$  в  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , что вызывает искажение кристаллической решетки корунда и, как следствие, более активное спекание и рекристаллизацию. Добавка  $\text{TiO}_2$  вызывает интенсивный рост зерна корундовой керамики до 200–350 мкм. Существуют такие добавки, которые способны задерживать рост зерна корунда, одной из таких добавок является  $\text{MgO}$ . При введении в шихту 0,5–1%  $\text{MgO}$  размер кристаллов спеченной керамики не превышает 2–10 мкм. Это объясняется образованием на поверхности корунда микронных прослоек магнезиальной шпинели, задерживающих рост кристаллов. Тем самым добавляя в структуру корунда  $\text{MgO}$  можно улучшить его механические свойства. Снижение температуры спекания корунда при введении  $\text{MgO}$  не наблюдается. Кроме добавок оксидов, часто применяют добавки, действие которых основано на образовании стекловидного вещества. Добавляя их можно снизить температуру обжига и вызывать сокращение роста кристаллов, а так же уменьшить пористость. [3]

Учитывая, доступность и низкую стоимость оксида алюминия эта керамика наиболее применима в организации промышленного производства композитов на его основе. Эти композиты даже при низкой плотности имеют прочностные свойства, близкие к свойствам диоксида циркония [4].

На текущий момент оксид алюминия широко применяется для изготовления прочных деталей и конструкций, а именно области где увеличение твердости и вязкости разрушения особенно важно, так как они связаны с большими ударными нагрузками. К таким областям можно отнести изготовление керамических покрытий для высокотемпературных двигателей и бронекерамических пластин.

## 1.2. $ZrO_2$

Цирконий в элементном состоянии хорошо известен высокой устойчивостью к температуре и сопротивлением к коррозии. Из-за этого цирконий называют «керамической сталью». Диоксида циркония имеет особые свойства полиморфизма. Чистый  $ZrO_2$  при комнатной температуре находится в моноклинной фазе и при нагреве испытывает фазовые превращения (рис.1). Переход  $t-ZrO_2 \leftrightarrow c-ZrO_2$  имеет диффузионную природу и играет очень важную роль при производстве так называемого частично стабилизированного диоксида циркония. Превращение  $m-ZrO_2 \leftrightarrow t-ZrO_2$  протекает по мартенситному механизму и сопровождается объемными изменениями 5–9%. Такое значительное расширение материала при охлаждении, сопровождающееся растрескиванием, не позволяет получать компактные изделия из чистого  $ZrO_2$ . По этой причине практическое значение имеют только твердые растворы различных оксидов на основе  $ZrO_2$  либо механические смеси с жесткой матрицей, способной стабилизировать высокотемпературные фазы  $ZrO_2$  при низкой температуре.



Рисунок 1 - Схема фазовых переходов в чистом диоксиде циркония: m-, t-, c-ZrO<sub>2</sub> – моноклинная, тетрагональная, кубическая модификации ZrO<sub>2</sub>, соответственно

Установлено, что ZrO<sub>2</sub> способен образовывать твердые растворы типа замещения со многими двух-, трех- и четырехвалентными оксидами. Общим и весьма важным для керамической технологии свойством этих растворов является отсутствие обратимых полиморфных превращений типа m-ZrO<sub>2</sub> ↔ t-ZrO<sub>2</sub> - перехода в чистом ZrO<sub>2</sub>. Хотя образующиеся твердые растворы не являются термодинамически равновесными при низких температурах, практически они могут существовать при этих температурах, не подвергаясь распаду.

Поэтому циркониевые керамики отличаются от других тугоплавких окислов 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<sub>2</sub>.

Помимо образования твердых растворов на основе ZrO<sub>2</sub> в производстве высокопрочных керамик используется другой способ стабилизации высокотемпературной модификации t-ZrO<sub>2</sub>. После спекания механической смеси Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> (рис.2.) с объемным содержанием ZrO<sub>2</sub> менее 20% образуется жесткая корундовая матрица, удерживающая дисперсные включения t-ZrO<sub>2</sub>. Это обусловлено высоким модулем упругости корунда меньшим по сравнению с ZrO<sub>2</sub> тепловым расширением, вследствие чего частицы t-ZrO<sub>2</sub> находятся в поле сжимающих напряжений и остаются стабильными после охлаждения спеченного материала. Стабильность частиц t-ZrO<sub>2</sub> зависит также от их размера: нелегированные зерна t-ZrO<sub>2</sub> в корундовой матрице превращаются в m-ZrO<sub>2</sub> при 20°C,

если их размер превышает 0,6мкм. Более крупные зерна превращаются при повышенных температурах по сравнению с мелкими.

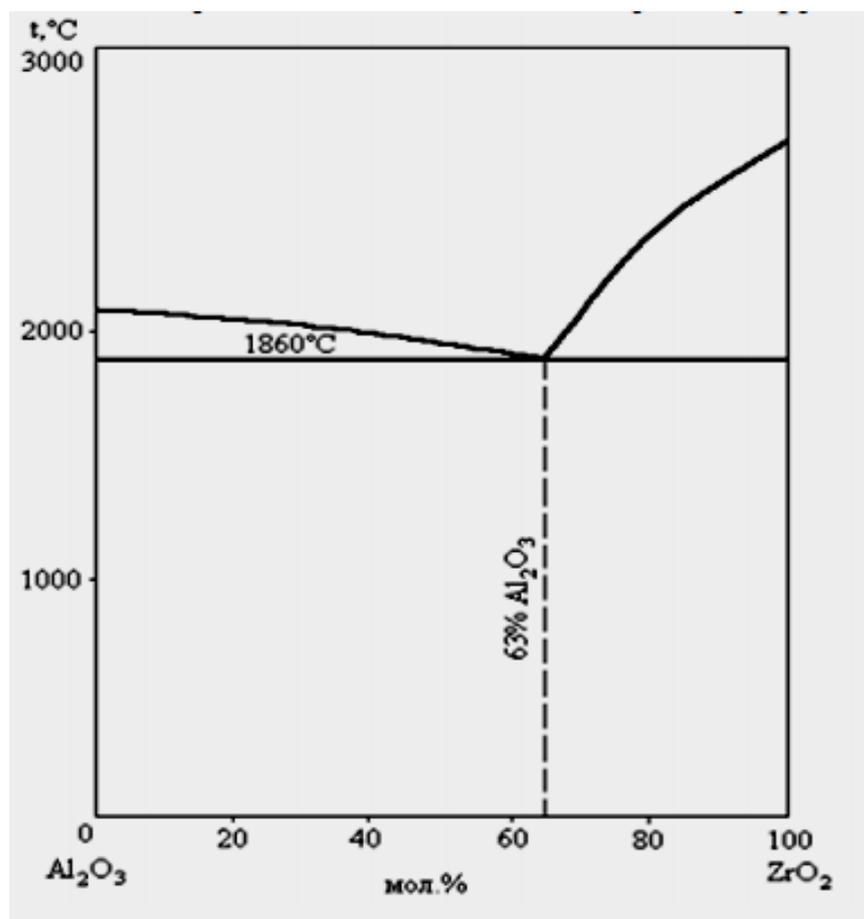


Рисунок 1 - Диаграмма состояний Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>

Возможность получения высокопрочной циркониевой керамики связана с открытием так называемого эффекта трансформационного упрочнения за счет контролируемого фазового перехода  $t\text{-ZrO}_2 \rightarrow m\text{-ZrO}_2$ . Сущность этого эффекта вытекает из явления полиморфизма ZrO<sub>2</sub>, возможности стабилизации высокотемпературных t- и с-фаз и мартенситного характера  $t \rightarrow m$  - перехода.

Керамика, упрочненная диоксидом циркония ZTC (Zirconia Toughened Ceramic): дисперсные частицы t-ZrO<sub>2</sub> распределены в керамической матрице и стабилизируются сжимающими напряжениями. Наибольшее техническое значение имеют композиции Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>, которые используются, прежде всего, как инструментальные материалы. Оптимальные механические характеристики достигаются при содержании ZrO<sub>2</sub> около 15об. %: сизг до 1000МПа.

Сегодня керамика  $ZrO_2$  является перспективным материалом, применяется в металлургическом производстве при изготовлении тиглей. Так же 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. На сегодняшний день, керамика на основе  $ZrO_2$  применяется в медицине для различных имплантатов и эндопротезов [5].

### 1.3. $ZrB_2$

Бориды являются тугоплавкими веществами, обладают высокой твердостью (до 35 ГПа) и термической стойкостью, значительной электропроводностью и теплопроводностью. Бориды не образуют структуру фаз внедрения, так как размер атома бора слишком велик и правило Хэгга для них не выполняется. Большинство боридов устойчивы против действия кислот, но разлагаются расплавленными щелочами, карбонатами. Бориды весьма чувствительны к окислительным средам и при умеренных температурах (800–1200°C) начинают заметно окисляться. Получают бориды сплавлением порошков металла и бора в вакууме в электрических печах. Детали из боридов производят прессованием с последующим спеканием или горячим прессованием. Наибольшее практическое применение получили диборид титана  $TiB_2$  и диборид циркония  $ZrB_2$ , которые используются для изготовления торцевых уплотнений в центробежных насосах и компрессорном оборудовании, а также в качестве упрочняющих добавок к специальным сплавам.

Диборид циркония обладает комплексом уникальных физико-механических свойств: высокая температура плавления, высокая теплопроводность, высокая твердость, стойкость к абразивному износу и к агрессивным средам. В связи с этим он нашел применение в промышленности: чехлы и электроды высокотемпературных термопар для измерения температур расплавленных сталей, чугунов, цветных и редких металлов и сплавов. Нагреватели высо-

котемпературных печей сопротивления. Испарители и лодочки для вакуумной металлзации, тигли для прецизионной металлургии. Кроме того, из него изготавливают трубы для перекачки металлических расплавов [6].

#### **1.4. Методы получения композиционных материалов**

Основное в создание композиционных материалов является технология, с помощью которой получен материал или изделие. Как правило, материал не представляет особо интереса, поэтому необходимо выбрать метод с помощью которого будет получен образец или изделие. В зависимости от особенностей материалов существует несколько методов получения.

Формование изделий производят несколькими способами

- литье из водных суспензий,
- литье под давлением,
- одноосное статическое прессование,
- гидростатическое прессование,
- горячее прессование,
- взрывное прессование,
- реакционное спекание

В технологии шликерного литья необходимо изначально подготовить шликер с определенными литейными свойствами, которые определяются его рН. Шликеры разжижаются как в кислой, так и в щелочной среде, причем имеются определенные интервалы значения рН, которым соответствует наибольшее разжижение. Перед литьем приготовленный шликер вакуумируют при остаточном давлении 15–20 мм рт.ст. Изделия отливают в гипсовых формах как сливным, так и наливным способом. Усадка отлитых изделий в форме по мере их высыхания составляет 1–1,5%. Отлитые изделия сушат при комнатной температуре. Литье используется для формования тонкостенных изделий сложной

формы, не испытывающих в процессе эксплуатации значительных механических воздействий.

Наиболее прочные изделия из  $Al_2O_3$  можно получить методом горячего прессования (ГП) в графитовых пресс-формах с покрытием из BN и горячего изостатического прессования (ГИП) в газостатах. При данном процессе одновременно происходит уплотнение порошка в изделие и спекание. Давление прессования можно варьировать 20–40 МПа, температура спекания 1200–2200 °С. Методом ГП и ГИП получают изделия конструкционного назначения работающих при условии высоких температур и агрессивных сред, так же данные методы можно отнести к энергоемким и сложным. Спекание корундовой керамики в большинстве случаев является твердофазным. Температура спекания зависит от некоторых условий, а именно: дисперсности и активности исходных порошков, условий спекания, вида и количества добавок. Хорошо известно, что прочность при изгибе и износостойкость алюмооксидной керамики увеличивается с уменьшением размера зерна. Поэтому дисперсность порошков корунда оказывает решающее влияние не только на температуру спекания, но и вообще на возможность спекания корунда. Максимальный размер частиц порошка  $Al_2O_3$  не должен превышать 3–5 мкм [7].

Взрывное прессование осуществляют с помощью давления газов, создаваемого в результате взрыва пороха. Разрушение и деформация частиц и их сближение происходит за счет высокого давления. Применяется для изготовления плит, труб, цилиндрических и других заготовок из различных материалов. Достоинством данного способа является кратковременность процесса, эффективное уплотнение плохо спекающихся материалов.

Реакционное спекание это процесс снижения пористости заготовки за счет заполнения пор конденсированными продуктами химических реакций, протекающих при участии компонентов, поступающих извне преимущественно в газообразном состоянии. При этом обязательным условием является увеличение молярного объема новообразований по сравнению с молярным объемом ре-

агирующих исходных конденсированных фаз заготовки, то есть положительный объемный эффект реакции [8].

Так же существует новая технология высокоскоростного уплотнения порошка, известную как Искровое Плазменное Спекание — Spark Plasma Sintering (SPS). Суть искрового плазменного спекания (ИПС) заключается в сочетании одноосного прессования с интенсивным электрическим разрядом с силой тока 2-20 кА в течение нескольких мс при одноосной нагрузке. Энергия искры испаряет, загрязняющие вещества и оксиды на поверхности частиц до образования перемычки. Джоулево тепло концентрируется на поверхности частиц, вызывая пластическую деформацию, которая способствует достижения высокой плотности. Искровое плазменное спекание проводится под давлением до 300 тонн в вакууме с возможностью использования инертного газа. Контролирование температуры осуществляется при помощи термопары или пирометра. Все системы ИПС Thermal Technology позволяют программировать давление, параметры питания и получение данных[9].

Основной проблемой в получение керамик с высокими прочностными свойствами является технология получения однородной и мелкозернистой структуры. А именно относительно медленный нагрев, а следовательно длительное спекание образцов. Как известно высокие температуры ускоряют диффузионные процессы, а это приводит к росту зерна и тем самым нарушает однородность структуры и ухудшает свойства. Следовательно, необходимо правильно выбрать метод получения композита, т.е. метод должен быть связан с возможностью быстрого нагрева порошка, при котором рост зерен будет ограничен временем цикла спекания при высоких температурах. Этот подход может быть реализован в случае применения горячего изостатического прессования. Так данный метод сокращает время воздействия высоких температур на материал тем самым способствует процессу консолидации. [10]

## 1.5. Возможные механизмы упрочнения

Так как оксид алюминия является распространенным видом керамики, которая имеет хорошие механические и электрофизические свойства, а так же химическую стойкость и высокую температуру плавления. К недостаткам этого материала можно отнести хрупкость и пористость материала, что говорит о наличии различных дефектов в ее структуре и как следствие снижение механических характеристик. Следовательно, можно выделить три основных способа упрочнения, а так же повышения механических свойств композитов: дисперсно-упрочненные, упрочненные частицами и армированные волокном.

Во всех композиционных материалах основным компонентом является матрица. Упрочнитель же или вторая фаза (наполнитель) – это фаза более жесткая, которая является механическим препятствием распространению дефекта, необходима она для улучшения и упрочнения матрицы. Так для дисперсно-упрочненных композитов матрица упрочнена частицами размером от 0,01 до 0,1 мкм в количестве от 1 до 15 об.%. В композициях, упрочненных частицами, размер последних превышает 1 мкм, а содержание - 20-25 об.%. В случае армированно-упрочненных композитов характерны значительная анизодиаметричность армирующих волокон - их диаметр колеблется от долей микрона до десятков микрон, а длина - от микрон до непрерывных волокон практически неограниченной длины при содержании от нескольких процентов до 70-80 об.%.

Суть упрочняющего эффекта состоит в применение двух материалов с различными прочностью и модулем. Если говорить об упрочняющей роли компонентов КМ, то этот процесс связан с появлением в материале поверхности раздела фаз и пограничных слоев, примыкающих к ней. Именно более высокие характеристики материала пограничных слоев влияют на рост прочностных показателей материала, и именно по этой причине в дисперсно-упрочненных композитах стремятся к использованию тонкодисперсных жестких компонентов, распределенных в более пластичной матрице. На сегодняшний день существует

потребность в применение материалов, которые повышали бы прочность и жаростойкость, поэтому задача упрочнения композитов особо актуальна.

К дисперсно-упрочненным композитам относят обычно материалы на металлических матрицах, а дисперсными частицами могут быть окислы (например,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в медной матрице). Из-за сферической формы дисперсионных частиц, таких свойств как анизотропия в материалах практически не возникает. Упрочнение в подобных композиционных материалах сопровождается увеличением сопротивляемости матрицы деформациям под действием нагрузок. Величина возрастания прочностных характеристик относительно невелика. Впрочем, огромное значение данным материалам дает их способность работать при повышенных рабочих температурах, которые бы превышали абсолютную температуру плавления или фазового превращения. Для композиционных материалов на основе металлических матриц наибольшее распространение получили методы порошковой металлургии, электрохимические, окислением или восстановлением.

Более значимыми по результатам полученных свойств являются композиционные материалы, упрочнение которых достигается благодаря использованию частиц или волокон [9]. К первым относятся неорганические порошковые композиции, многочисленные и разнообразные керамические материалы, а также полимерные материалы (термопласты и реактопласты), наполненные разнообразными дисперсными наполнителями (слюдай, тальком, мелом и т.п.). При достаточно высоком содержании дисперсной фазы, достигающем 30-40 об.%, в формировании свойств таких композитов решающее значение приобретают как особенности деформационного поведения каждого из компонентов, так и характер взаимодействия на поверхности раздела фаз.

В основе получения таких материалов на базе керамических матриц лежит процесс изменения фазового состояния многочисленных систем в результате образования центров кристаллизации и роста кристаллов, роста зерен, твердо- и жидкофазного спекания. Подбирая необходимые условия нагрева, термической обработки, отжига возможно изменять свойства и структуру ком-

позиционных материалов. Тем самым можно прочность и жаростойкость керамики.

Введение в матрицу дисперсных прочных частиц повышает жёсткость, жаропрочность и размерную стабильность КМ, улучшает триботехнические характеристики. Указанный комплекс свойств дисперсно-упрочнённых КМ на основе алюминиевых сплавов обеспечивает им конкурентные преимущества, что определяет успех их применения в автомобилестроении, судостроении и аэрокосмической технике. В упрочнённых частицами КМ коэффициент возрастания прочности достаточно велик (от 2 до 25), а высокотемпературная стабильность зависит от характера изменения свойств дисперсной фазы при высоких температурах. Как и в случае дисперсно-упрочнённых материалов, их свойства, как правило, изотропны; появление анизотропии может быть связано с вытянутой формой частиц некоторых дисперсных материалов. В связи с ростом поверхности раздела в формировании прочностных свойств существенно возрастает роль межфазного взаимодействия. Основной эффект повышения прочности в этих КМ достигается в результате уменьшения способности к пластической деформации относительно более подвижной матрицы, при этом прочность возрастает с уменьшением доли матрицы.

Так же настоящее время разработано огромное количество композитов на основе оксида алюминия, содержащих различные упрочняющие фазы, такие как металлы, интерметаллиды, керамические волокна и порошковые материалы.

Согласно литературным источникам большое количество композиционных материалов на основе оксидной матрицы содержат металлические упрочняющие частицы. Металлические фазы обладают пластичностью, которой нет у керамики, поэтому в металлокерамических композиционных материалах может быть активирована энергия пластической деформации, когда трещина, распространяющаяся в керамической матрице, достигнет частицы металла. Часть энергии распространения трещины поглощается пластической деформацией, а оставшейся энергии уже не хватает для дальнейшего распространения трещи-

ны. Кроме того, деформированные частицы могут соединять трещины, тем самым замыкая напряжения друг на друга и снижая интенсивность распространения трещины.

Так согласно обзору работы [11] где с помощью введения нитевидных волокон  $\beta$ -SiC, можно повысить износостойкость керамики  $Al_2O_3$ . Был использован порошок  $\alpha$ - $Al_2O_3$  со средним размером частиц 1 мкм с добавкой 5 об.% нитевидных волокон  $\beta$ -SiC, длиной до 50 мкм и диаметром 1 мкм. Показано, что упрочнение керамики ультрадисперсными частицами и уменьшение размера зерна позволяет повысить твердость керамики от 16.5 ГПа до 19.8 ГПа. А с помощью ЭИПС была получена (~99.7% от теоретической плотности) керамика  $Al_2O_3+5$  об.% SiC с однородной мелкозернистой структурой и повышенными прочностными свойствами.

Известно много способов улучшения механических свойств керамики на основе  $Al_2O_3$ , в последнее время широко применяется способ введения в керамику  $Al_2O_3$  оксида циркония, который оказывает заметный положительный эффект при введении в керамику на основе  $Al_2O_3$ . Его высокая прочность и износостойкость, высокая вязкость разрушения и химическая инертность сочетаются с высокой стойкостью в окислительной среде в широком температурном интервале. Так в работе [12] при добавлении синтезированного методом обменных реакций ЧСДЦ в алюмооксидную шихту получена алюмоциркониевая керамика ( $Al_2O_3 > 60$  %) с однородной микроструктурой, относительной плотностью выше 98,5 % от теоретической, микротвердостью по Виккерсу 14,5 ГПа, трещиностойкостью 6,5 МПа•м<sup>1/2</sup>.

К другим эффективным упрочнителям керамики можно отнести интерметаллиды – TiAl, Ni<sub>3</sub>Al, Fe<sub>3</sub>Al, NbAl и др. Помимо механизма пластической деформации и механизма соединения трещин, в таких композитах активизируется также механизм остаточных напряжений благодаря существенной разнице значений температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) оксида алюминия и алюминидов [13].

## 1.6. Композиционные материалы на основе оксида алюминия, структура, свойства, применение

На сегодняшний день в мире существуют единичные работы по созданию керамических композитов на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-ZrB}_2$ , и они свидетельствуют о больших перспективах для данной системы. Например, в настоящее время хорошо изучен диоксид циркония стабилизированный иттрием, благодаря тетрагонально-моноклинному полиморфному превращению обладает уникальными свойствами: прочностью на изгиб до 1000 МПа и вязкостью разрушения более  $10 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ , но обладает не достаточной твердостью до 12 ГПа, а его удельный вес  $6,1 \text{ г/см}^3$  не позволяет получать легкие объемные конструкции на его основе. С другой стороны есть оксид алюминия который обладает низким удельным весом  $3,99 \text{ г/см}^3$  и высокой твердостью 21 ГПа, но обладает не достаточной вязкостью разрушения  $3,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ . Композиционные материалы  $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  позволяют получать материал, имеющий максимальные механические характеристики чистых компонентов, но лишенный их недостатков [14]. Существует ряд работ показывающих улучшение свойств керамических композитов на основе оксида алюминия и диоксида циркония за счет добавления в них  $\text{WC}$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{TiB}_2$ ,  $\text{ZrB}_2$ ,  $\text{Ti(C,N)}$ ,  $\text{ZrO}_2$ , и  $\text{SiC}$  волокон [15,16].

Например, авторами работы [17], установлено что керамические композиты  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiC}$  были получены методом горячего прессования при температуре  $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Указано, что образец  $70\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}10\text{ZrO}_2\text{-}20\text{TiC}$  показал наилучшие механические свойства и была получена твердость и вязкость разрушения  $21,3 \text{ ГПа}$  и  $5,12 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно. Модуль упругости составил  $503 \text{ ГПа}$ . Так же в данной работе использован метод горячего прессования, который блокирует рост зерен и который будет в дальнейшем использоваться в работе.

Из всего ряда тугоплавких высокомодульных соединений отдельно можно выделить диборид циркония, поскольку этот материал относится к классу ультравысокотемпературных керамик и обладает уникальными свойствами:

высокая твердость, температура плавления около 3000 градусов, химическая стабильность в окислительной среде, высокая электрическая и термическая проводимость, коррозионная стойкость. На сегодняшний день в мире существуют единичные работы по созданию керамических композитов на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-ZrB}_2$ , и они свидетельствуют о больших перспективах для данной системы.

Изучая литературу по данной тематике, можно найти много зарубежных работ изучающих проблему упрочнения керамики с использованием высокотемпературных керамик.

Так в работе, где композиционная керамика  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrB}_2\text{-SiC}$  полученная методом горячего прессования в университете Китая [18]. Показано, что при спекании при  $1800^\circ\text{C}$  композиты с  $24\%\text{ZrB}_2$  обладают самой высокой прочностью, что на  $35\%$  выше чем у чистой  $\text{Al}_2\text{O}_3$  керамики. Авторами работы [19] принципиально показано, что такого рода композиты можно получить методом горячего прессования, из субмикронных порошков, максимальные механические свойства достигаются при соотношении компонентов  $80\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}20(92\text{ZrB}_2\text{-}8\text{ZrO}_2)$ , твердость и вязкость разрушения составили  $23\text{ ГПа}$  и  $6,5\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно, при этом в композитах присутствует пористость порядка  $5\text{-}7\%$ , что не позволяет получать материалы с максимальной вязкостью разрушения. Существует ряд работ индийских ученых совместно с Российскими учеными из Черногловки которые получили композиты  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrB}_2\text{-TiB}_2$  методом СВС – Самораспространяющийся высокотемпературный синтез [20] в данном случае были получены композиты с твердостью и вязкостью разрушения  $35\text{ ГПа}$  и  $40\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно. Структура композитов представлена крупными зернами от  $0,5$  до  $10\text{ мкм}$ , что обусловлено методом получения, а именно высокой температурой спекания. Так же данный метод не всегда является доступным, что ограничивает его применение.

В случае [21]  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrB}_2$  композиты были получены путем механохимического синтеза из смеси  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}$  порошков. Было исследовано влияние времени измельчения к соотношению размера частиц порошка. Компо-

зитный материал сформирован в течении 20-25ч с минимальной примесью Fe (0,33%). Анализ Rietveld показал, что наноструктурированный порошок со средним размером меньше чем 25 нм был получен во всех образцах. Тем самым в работе подготавливают крупнодисперсные порошки для формования и спекания, а именно измельчением, мехактивацией и введением модифицирующих добавок, способствующих созданию из промышленных порошков как плотных, так и пористых керамических материалов с однородной структурой и высокими прочностными показателями. В случае образцов [22] композита  $Al_2O_3-ZrB_2$  полученных методом механически активированного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (МАСВС). Получившиеся образцы имели твердость и вязкость разрушения 19,5 ГПа и  $4.170.3 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ . Образцы их твердость и вязкость разрушения были выше, чем из микроструктурированного композита.

Из литературного источника [23] известно, что для увеличения стойкости к окислению  $ZrB_2$  и увеличению термостойкости, в него добавляют SiC. Влияние поведения окисления на термостойкость керамического  $ZrB_2-ZrC-SiC$  был исследован в двух видах условий тепла (воздуха и вакуума) после закалки в воде при разности температур от 200 до 1900 °С. Улучшение термостойкости было связано с образованием оксидных слоев. Результаты работы показывают, что кратковременное окисление является благоприятным для улучшения термостойкости керамики на основе  $ZrB_2$ .

Так же найдена работа [24], где в  $Al_2O_3-ZrB_2$  композит добавляют Ti в различном соотношении используя при этом метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза СВС. Было установлено, что с добавлением Ti твердость уменьшается, а максимальное значение твердости 21,50 ГПа достигается при 5% Ti. При этом образец с содержанием Ti 20% имел очень высокую вязкость разрушения  $45 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ . Ученые уральского научно-исследовательского института получили методом искрового плазменного спекания образцы ультравысокотемпературной керамики (УВТК) на основе композиции  $ZrB_2-SiC$  с добавлением наноразмерных порошков  $Al_2O_3$  и  $Y_2O_3$ .

Плотностью близка к 100 % при температуре 1630–1700°C, с выдержкой в течение 3 мин методом искрового плазменного спекания. При этом в работе [25] не сказано о полученных физико-механических свойствах образцов. В университете Китая была получена нанокompозитная керамика  $80\text{Al}_2\text{O}_3 - 20\text{ZrB}_2$  с максимальной твердостью по Виккерсу 18,97 ГПа при температуре спекания 1500°C, вязкость разрушения композита  $5,2 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ . Но при такой довольно низкой температуре образцы плохо уплотнялись [26].

Таким образом, благодаря особенностям каждого метода спекания и морфологического строения порошков может быть сформирована структура образцов с повышенными механическими свойствами. Из приведенного литературного обзора можно сказать, что на сегодняшний день, нет исчерпывающих сведений о формировании структуры при создании многокомпонентных композитов на основе тугоплавких высококомодульных соединений и нет данных о ее влиянии на физико-механические свойства композитов и на механизмы их упрочнения.

В связи с вышеизложенным, вызывает интерес изучение способов формирования мультимасштабной иерархической структуры и механизмов упрочнения в композиционных материалах на основе тугоплавких высококомодульных соединений.

## Постановка задачи

Основанием для проведения научных исследований служит проблема разработки композиционных материалов нового класса, обладающих высокой твердостью, химической инертностью способных выдерживать длительное воздействие агрессивных сред, высокого давления, ударных нагрузок и температур, с повышенной стойкостью к хрупкому разрушению и трещиностойкостью.

Перспективным материалом удовлетворяющим выше обозначенным критериям является конструкционная керамика, которая обладает хорошей износостойкостью и отличными коррозионными свойствами, способна выдерживать длительное воздействие (от сотен до нескольких тысяч часов) высоких температур в окислительной среде.

В настоящее время среди конструкционной керамики хорошо изучен диоксид циркония стабилизированный иттрием, благодаря тетрагонально-моноклинному полиморфному превращению обладает уникальными свойствами: прочностью на изгиб до 1000 МПа и вязкостью разрушения более 10 МПа\*м<sup>1/2</sup>, но обладает не достаточной твердостью до 12 ГПа, а его удельный вес 6,1 г/см<sup>3</sup> не позволяет получать легкие объемные конструкции на его основе. С другой стороны есть оксид алюминия который обладает низким удельным весом 3,99 г/см<sup>3</sup> и высокой твердостью 21 ГПа, но обладает не достаточной вязкостью разрушения 3,5 МПа\*м<sup>1/2</sup>. Композиционные материалы ZrO<sub>2</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> позволяют получать материал, имеющий максимальные механические характеристики чистых компонентов, но лишенный их недостатков [14]. Однако, композиты ZrO<sub>2</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> уже не удовлетворяют современным требованиям, предъявляемым к материалам, диктуемым современной авиационной промышленностью и другими отраслями машиностроения. Существует ряд работ, показывающих улучшение свойств керамических композитов на основе оксида алюминия и диоксида циркония за счет добавления в них более тугоплавких и высокомодульных соединений типа WC, TiC, TiB<sub>2</sub>, ZrB<sub>2</sub>, Ti(C,N), ZrO<sub>2</sub>, и SiC волокон [15, 16].

Из всего ряда тугоплавких высококомодульных соединений можно выделить диборид циркония, поскольку этот материал относится к классу ультравысокотемпературных керамик и обладает уникальными свойствами: высокая твердость, температура плавления около 3000 градусов, химическая стабильность в окислительной среде, высокая электрическая и термическая проводимость, коррозионная стойкость. На сегодняшний день существуют единичные работы по созданию керамических композитов на основе  $Al_2O_3-ZrO_2-ZrB_2$ , и они свидетельствуют о больших перспективах для данной системы. [19, 24]

Таким образом, композиционные материалы на основе оксида алюминия с добавлением диоксида циркония и диборида циркония являются весьма перспективными для решения выше обозначенных проблем. Тем не менее, на сегодняшний день, нет исчерпывающих сведений о способах формирования плотной иерархически организованной структуры при создании многокомпонентных композитов на основе тугоплавких высококомодульных соединений и нет данных о ее влиянии на физические и термомеханические свойства композитов, и на механизмы их упрочнения.

В соответствии с выше изложенным цель исследования - получить композиционные материалы  $Al_2O_3-ZrO_2-ZrB_2$  с мультимасштабной структурой и провести исследование влияния этой структуры на физико-механические свойства. Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

- Провести исследования закономерности формирования структуры композиционных материалов  $Al_2O_3-ZrO_2-ZrB_2$ , полученных методом горячего прессования при различных температурах, скоростях нагрева и времени выдержки в различных газовых средах;
- Провести комплекс механических испытаний для определения твердости по методу Викерса и вязкости разрушения в полученных композиционных материалах  $Al_2O_3-ZrO_2-ZrB_2$ ;
- Изучить влияние структуры на механизмы упрочнения в полученных композитах;
- Выявить оптимальные режимы спекания композиционных материалов.

## **2. Экспериментальная часть**

### **2.1. Материалы и методика эксперимента**

В работе были использованы УДП порошки оксида алюминия со средним размером частиц 4,7 мкм и порошок диборида циркония со средним размером частиц 2,5 мкм, и гранулированный нанопорошок диоксида циркония с размером гранул 50 мкм, и размером частиц 30нм.

Получение однородной порошковой композиции достигалось следующим образом: создавали водные суспензии отдельных компонентов, смешивали их друг с другом с помощью магнитной мешалки, с последующей обработкой суспензии ультразвуком. Осаждение полученной композиции производили путем флокуляции частиц из раствора за счет повышения уровня pH, с последующей вакуумной сушкой. В результате были получены композиционные смеси оксида алюминия с добавлением диборида циркония до 30%, а так же трех компонентные смеси, в которые добавили 10% диоксида циркония.

Керамические композиты были получены методом горячего прессования с предварительным изостатическим прессованием порошковой смеси на гидравлическом прессе. Все режимы представлены в таблице 1. Комбинации составов представлены в таблице 2.

Первая серия образцов была получена на составах из смесей оксида алюминия и диборида циркония, горячее прессование (ГП) проходило в среде аргона и азота, давление прессования было всегда постоянным, варьировалась температура спекания скорость нагрева и время выдержки.

Вторая серия образцов содержала оксид алюминия и диборид циркония в который добавили 30 об.% карбида кремния, и эксперимент был повторен. Перед исследованием поверхности все образцов шлифовали и полировали на алмазных пастах различной фракции.

Таблица 1 – Режимы горячего прессования

№	Температура, °С	Нагрев, мин	Выдержка, мин	Охлаждение, мин	Атмосфера	Давление, МПа
1	1400	5	10	10	Ar	35
2	1400	5	20	10	Ar	35
3	1500	5	10	10	Ar	35
4	1500	5	20	10	Ar	35
5	1500	10	10	10	Ar	35
6	1500	5	20	10	N	35
7	1600	5	10	10	N	35
8	1700	5	5	10	N	35
9	1700	5	10	10	N	35
10	1800	5	5	10	N	35

Таблица 2 – Составы композиций

Маркировка	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrB <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>
A10B	90	10	-
A20B	80	20	-
A30B	70	30	-
A10Z10B	80	10	10
A10Z20	70	20	10
A10Z30B	60	30	10
A20B(S)	80	20(30SiC)	A20B(S)

Рентгеноструктурный анализ порошков и керамик на их основе осуществляли на дифрактометре ДРОН 3 с фильтрованным CuK $\alpha$  излучением. Методом рентгеновской дифракции были получены данные о параметрах кристал-

лического строения и фазовом составе композитов. Разделение перекрывающихся рентгеновских пиков осуществляли с помощью компьютерной программы на основе минимизации отклонения суммарного аппроксимирующего профиля от экспериментального. Идентификацию фаз производили при сопоставлении пиков рентгенограммы с картотекой ASTM.

Структуру образцов после ГП изучали методами оптической и растровой электронной микроскопии. Размер зерен ZrB<sub>2</sub> и пор в композитах измеряли на шлифе образца посредством сканирующего электронного микроскопа. Несколько микроснимков и, не менее, 400 измерений структурных элементов были проведены для каждого образца. Полученное таким образом двумерное распределение структурных элементов по размерам было преобразовано в трехмерное распределение с использованием основного стереометрического уравнения Салтыкова [27].

Плотность образцов определяли гидростатическим методом.

Твердость определяли методом Виккерса, предназначена для измерения твердости очень малых объемов материала. Метод твердости стандартизирован ГОСТ 9450 – 76. В качестве индентора используют четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине 136 град. Эта пирамида плавно вдавливается в образец при нагрузке от 5 до 5000 г. Твердость HV (МПа) определяются по формуле (1), прикладываемая нагрузка составляла 2 кг, индентирование проводили не менее 10 раз:

$$Hv = 1,854 \cdot F/d^2 \quad (1)$$

где: F – нагрузка, d – диагональ отпечатка.

Твердость по Виккерсу определяли на полированных образцах.

Вязкость разрушения определяли по формуле (2).

$$K_{Ic} = 0,035 \cdot (H \cdot a^{1/2}) \cdot (E\phi/H)^{0,4} \cdot (l/a)^{-0,5} \quad (2)$$

где: H – твердость, E – модуль, a – половина диагонали отпечатка, l – длина трещины из угла отпечатка, φ - константа.

Морфологическое строение порошков исследовали на растровом электронном микроскопе.

## 2.2. Результаты исследования

### 2.2.1. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $Al_2O_3$ - $ZrB_2$

Первая серия образцов была получена на составах из смесей оксида алюминия и диборида циркония, горячее прессование (ГП) проходило в среде аргона и азота, давление прессования было всегда постоянным, варьировалась температура спекания скорость нагрева и время выдержки.

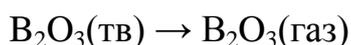
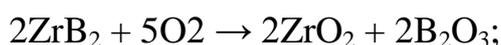
Данные по пористости и удельному весу полученных композитов в зависимости от режима ГП представлены в Таблице 3. Пористость композитов рассчитана двумя способами: геометрическим и металлографическим (пористость РЭМ). Видно, что два метода дают хорошую сходимость результатов.

Таблица 3 - Механические свойства полученных композитов

Состав	T, °C	Нагр ев	Вы- держ ка	Охла жде- ние	Плот- ность, г/см <sup>3</sup>	Пори- стость	Пори- стость РЭМ
70A30B	1400	5	20	10	3,8	14	12
70A30B	1450	5	10	10	3,75	15	18
70A30B	1500	5	10	10	3,8	14	15
70A30B	1500	5	20	10	3,98	10	10
80A20B	1500	5	30	10	4,07	5	5

Из таблицы видно, что наиболее плотное состояние достигается при температуре 1500°C и максимальной выдержке 30 минут, однако даже при таких условия ГП сохраняется пористость на уровне 5 %.

Установлено, что с увеличением температуры ГП и увеличением времени выдержки происходит значительная потеря массы образцов, вплоть до 40% от сырой заготовки. При этом рабочий газ не влиял на этот процесс. По всей видимости, при ГП композитов, диборид циркония окисляется кислородом, находящимся в составе оксида алюминия и переходит в газовое состояние по следующей схеме:



Рентгенофазовый анализ полученных образцов подтверждает это предположение (Рис. 3, кривые 1, 2). Установлено наличие фаз корунда, гексагонального диборида циркония и моноклинного диоксида циркония, а так же, из полученных дифрактограмм всех составов видно присутствие еще одной фазы (на рис. 3 она отмечена символом X). По-видимому, между диборидом циркония и оксидом алюминия происходит химическое взаимодействие с образованием сложных соединений оксидоборидов, идентифицировать которые на данном этапе не удалось.

Образование новых химических соединений подтверждает растровая электронная микроскопия и элементный анализ (Рис.4). Видно, что на шлифованной поверхности композита  $70\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}30\text{ZrB}_2$  присутствуют две явные фазы это основные компоненты, а так же есть некие переходные области темно серого цвета, свидетельствующие о взаимодействии исходных компонентов.

При помощи стереометрической металлографии на основе полученных растровых снимков со шлифов керамических композиционных материалов, полученных при различных температурах и времени выдержки, было принято решение оценить влияние параметров ГП на средний размер зерен  $\text{ZrB}_2$  и их объемную долю в матрице из оксида алюминия, а так же на средний размер пор. Далее на рисунках 5 – 8 Приведены растровые изображения поверхности композитов 70А30В, распределение зерен диборида циркония по размерам и распределение пор по размерам при конкретных режимах ГП. Основываясь на полученных растровых изображениях, можно с уверенностью сказать, что рас-

пределение зерен диборида циркония в матрице оксида алюминия получилось равномерным, и в основном присутствуют зерна, унаследовавшие свой размер от исходных частиц порошка, но встречаются и аномально крупные включения  $ZrB_2$ , обусловленные наличием крупных агломератов в исходном порошке, которые не удалось разрушить ультразвуковым воздействием при получении порошковых композиций. Все полученные данные были обобщены в таблице 4.

Таблица 4 – Влияние режимов ГП, на средний размер зерен ( $D$ )  $ZrB_2$  и их объемную долю ( $V$ ) в матрице из  $Al_2O_3$ , и на средний размер пор ( $d$ ) в полученных композитах.

Состав	Температура, °C	Выдержка, мин	$D_{ZrB_2}$ , мкм	$V$ , %	$d_{пор}$ , мкм
70A30B	1400	20	1,97	18	1,74
70A30B	1450	10	1,37	18	0,72
70A30B	1500	20	2,8	20	1,26
70A30B	1500	10	1,51	22	0,69

Из таблицы 4 видно, что средний размер зерен диборида циркония практически не зависит от температуры ГП и составляет около 1,5 мкм, немного возрастая с ростом времени выдержки, что обусловлено процессами коагуляции зерен при спекании. Объемная доля зерен диборида циркония составила около 20% при любом режиме ГП, при том, что в исходную смесь закладывалось 30%. Средний размер пор растет с увеличением времени выдержки.

Таким образом, установленная разница объемной доли зерен диборида циркония между исходной смесью и после спекания в 10% и рост среднего размера пор с увеличением времени выдержки подтверждают наше предположение о взаимодействии матрицы и упрочняющей фазы с образованием газовой фазы.

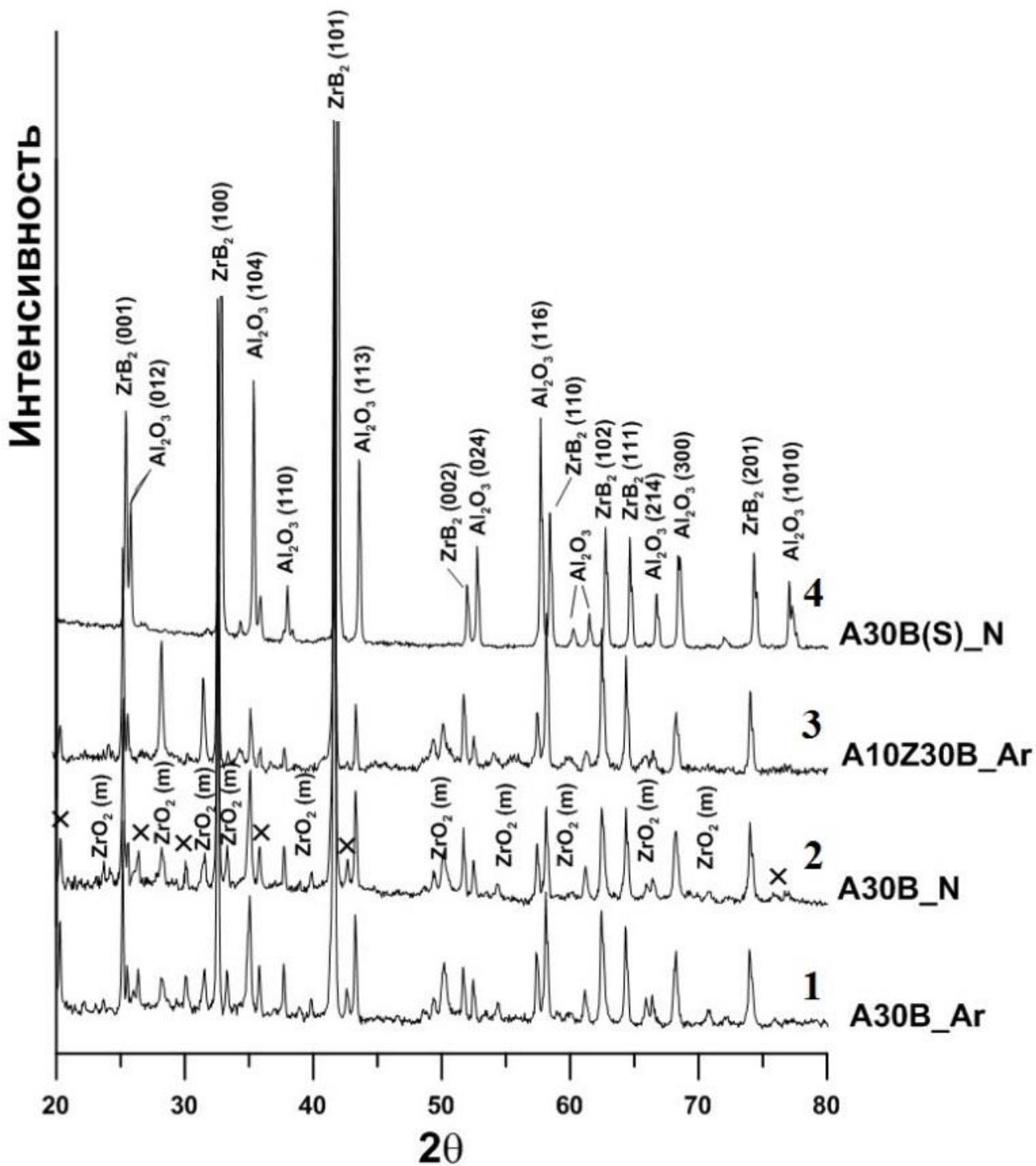


Рисунок 3– Типичные виды рентгенограмм спеченных композитов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub> при различных атмосферах 1- Аргон, 2- Азот; с добавлением ZrO<sub>2</sub> (3) и SiC (4)

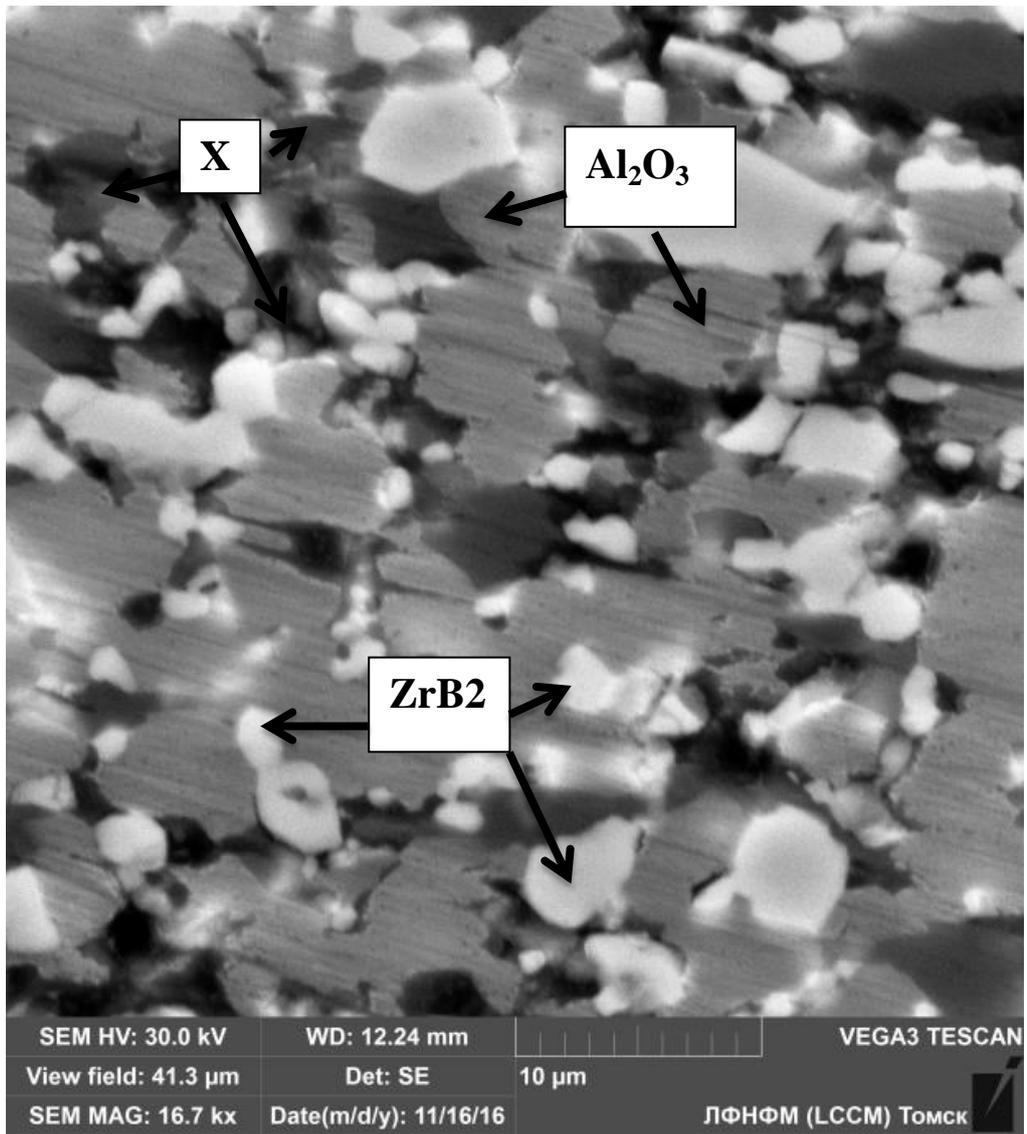


Рисунок 4 Растровое изображение шлифованной поверхности композита  $70\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}30\text{ZrB}_2$

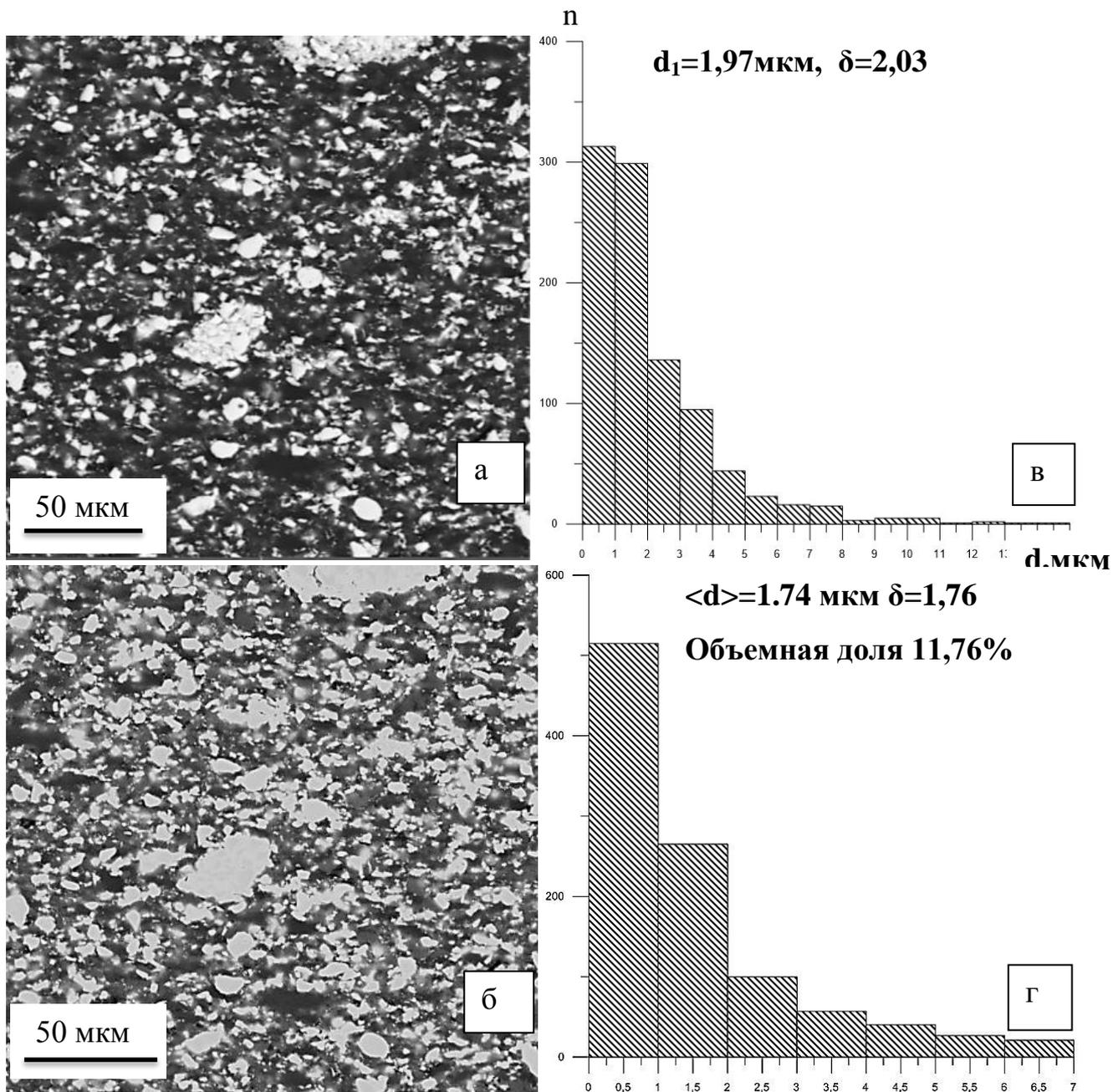


Рисунок 5 – BSE(a) и SE(б)\* изображения микроструктуры, распределение зерен  $ZrB_2$  (в) и пор (г) по размерам для композита

70A30B\_1400\_5\_20\_10\_Ar

\* BSE – режим съемки в отраженных электронах

SE – режим съемки во вторичных электронах

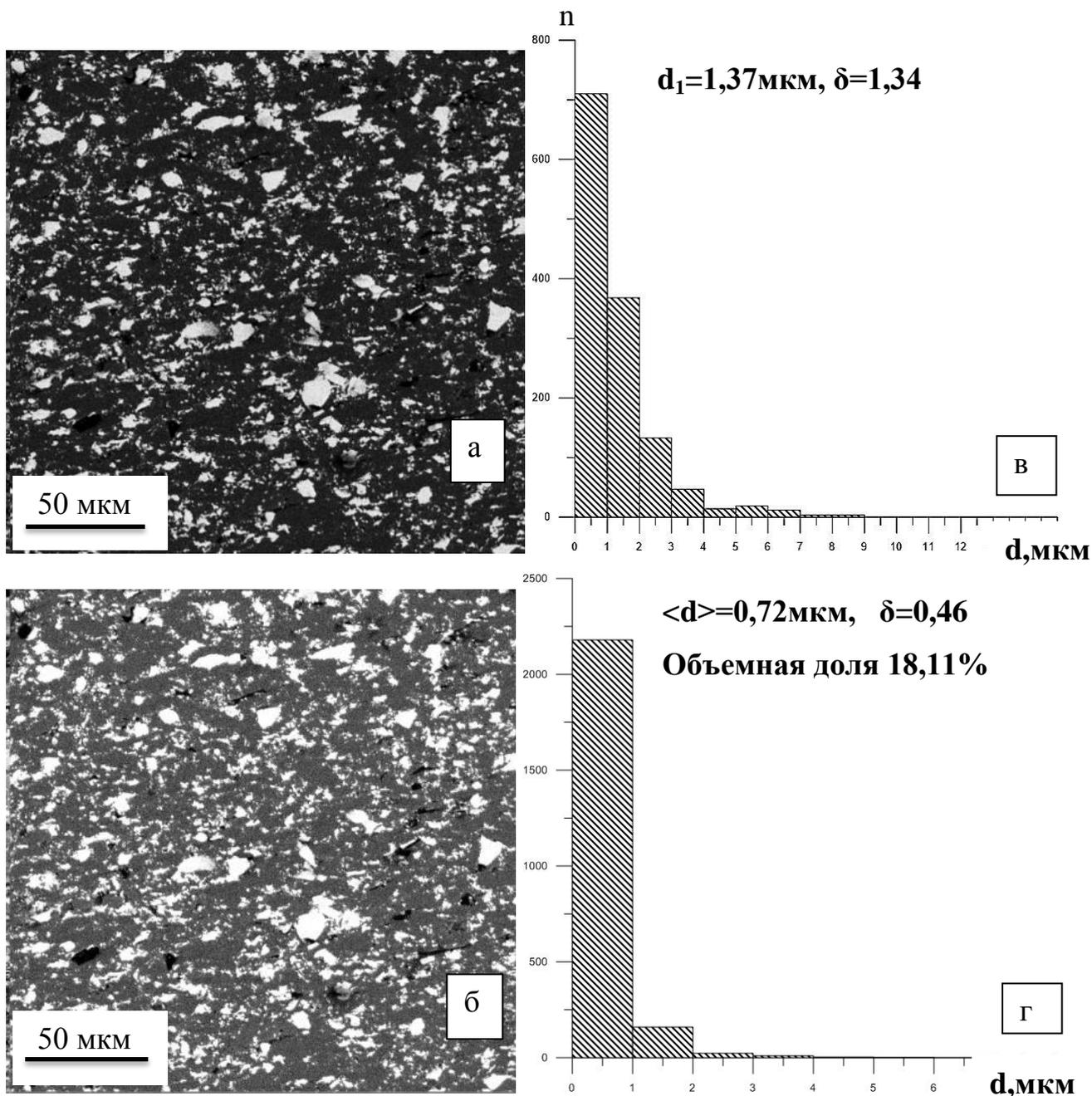


Рисунок 6 - BSE(а) и SE(б) изображения микроструктуры, распределение зерен  $ZrB_2$  (в) и пор (г) по размерам для композита

70A30B\_1450\_5\_10\_10\_Ar

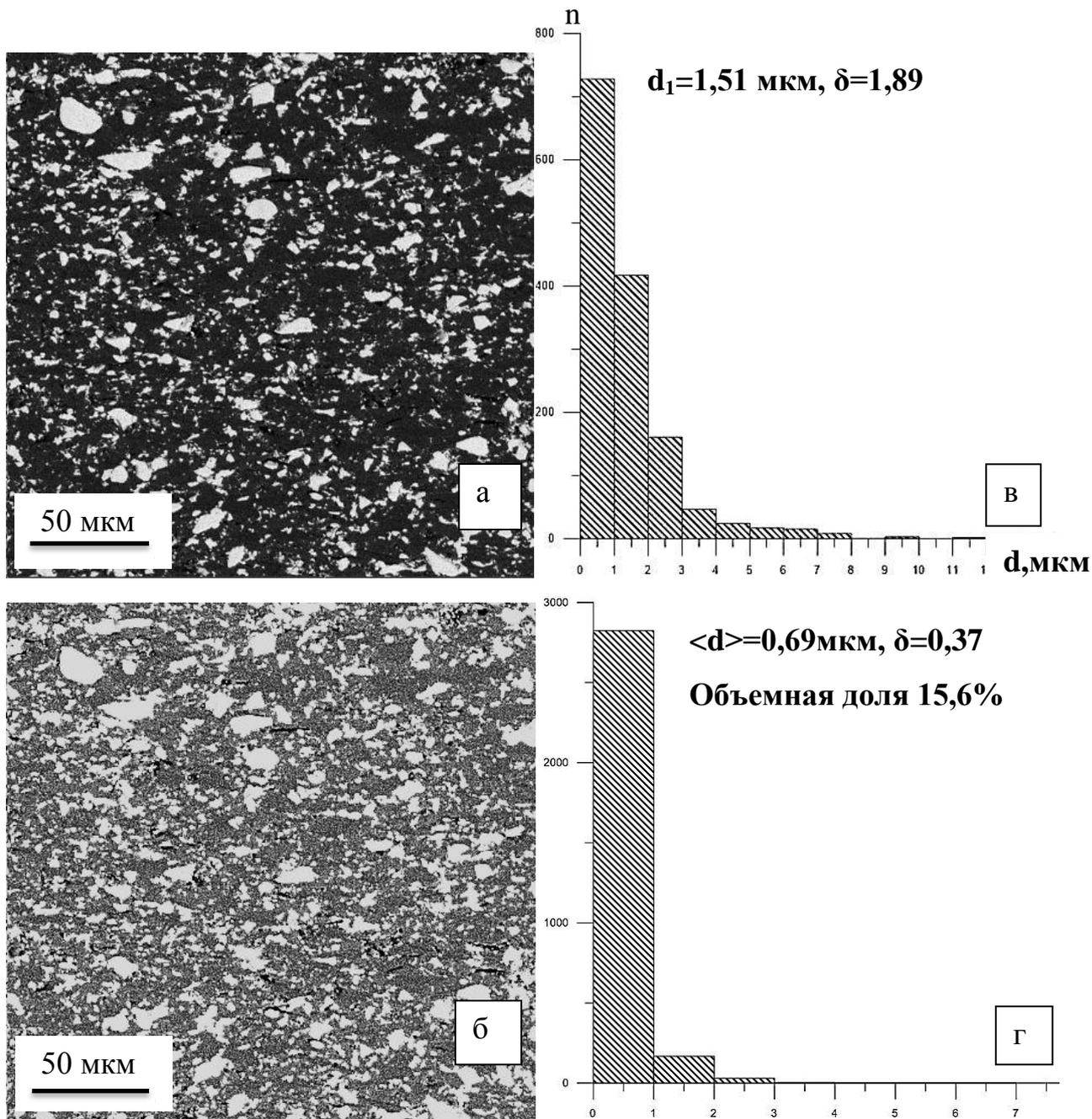


Рисунок 7 - BSE(а) и SE(б) изображения микроструктуры, распределение зерен  $\text{ZrB}_2$  (в) и пор (г) по размерам для композита 70A30B\_1500\_5\_10\_10\_Ar

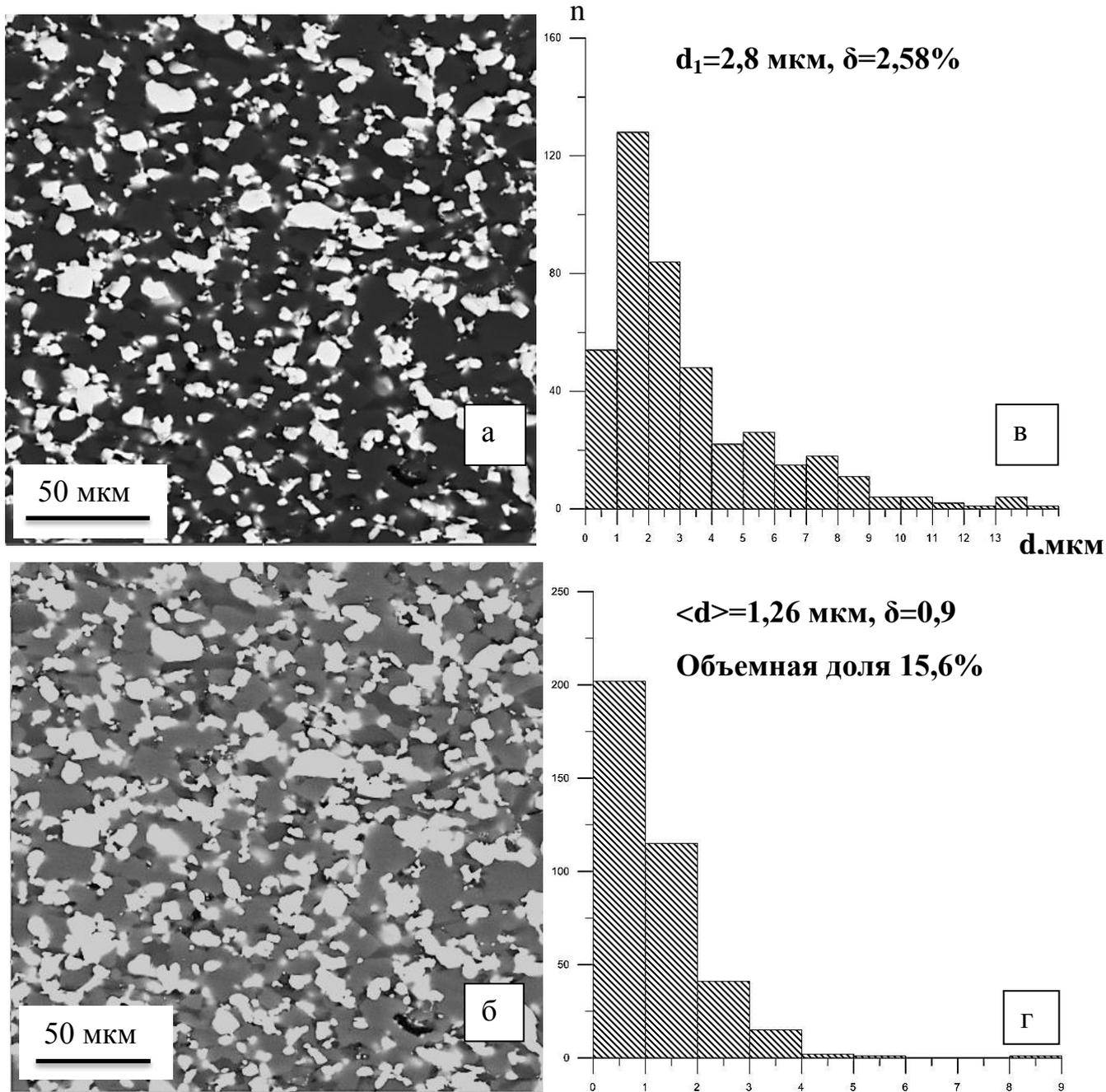


Рисунок 8 - BSE(а) и SE(б) изображения микроструктуры, распределе-  
ние зерен  $ZrB_2$  (в) и пор (г) по размерам для композита

70A30B\_1500\_5\_20\_10\_Ar

## 2.2.2. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrB}_2$ – $\text{ZrO}_2$

Анализ литературных данных на предмет окисления диборида циркония на активной стадии спекания показал, что подобных явлений не описывается. В имеющихся работах в данном направлении было найдено [23], что при добавлении в матрицу из оксида алюминия диборида циркония в порошке которого находится остаточный диоксид циркония в количестве до 10 об.%, никаких окислительных процессов не происходит.

Было решено проверить влияние  $\text{ZrO}_2$  на стабилизацию  $\text{ZrB}_2$  при горячем прессовании, для этого в композицию добавили 10 об% гранулированного нанопорошка  $\text{ZrO}_2$  и повторили эксперимент. В результате потеря массы образца после ГП сохранилась, на рентгенограмме (рис. 3 кривая 3) пики X фазы сохраняются, хотя их интенсивность и снижается. Весь диоксид циркония находится в моноклинной модификации.

При температуре ГП  $1500^\circ\text{C}$  и времени выдержки 30 минут средний размер зерен диборида циркония составил 2,23 мкм (рис.10 в), а его объемная доля относительно исходной смеси уменьшилась на 5 %. Средний размер пор равен 1 мкм (рис.10 г), а в целом пористость составила 7%. Таким образом, процесс окисления диборида циркония явно удалось замедлить, но не остановить.

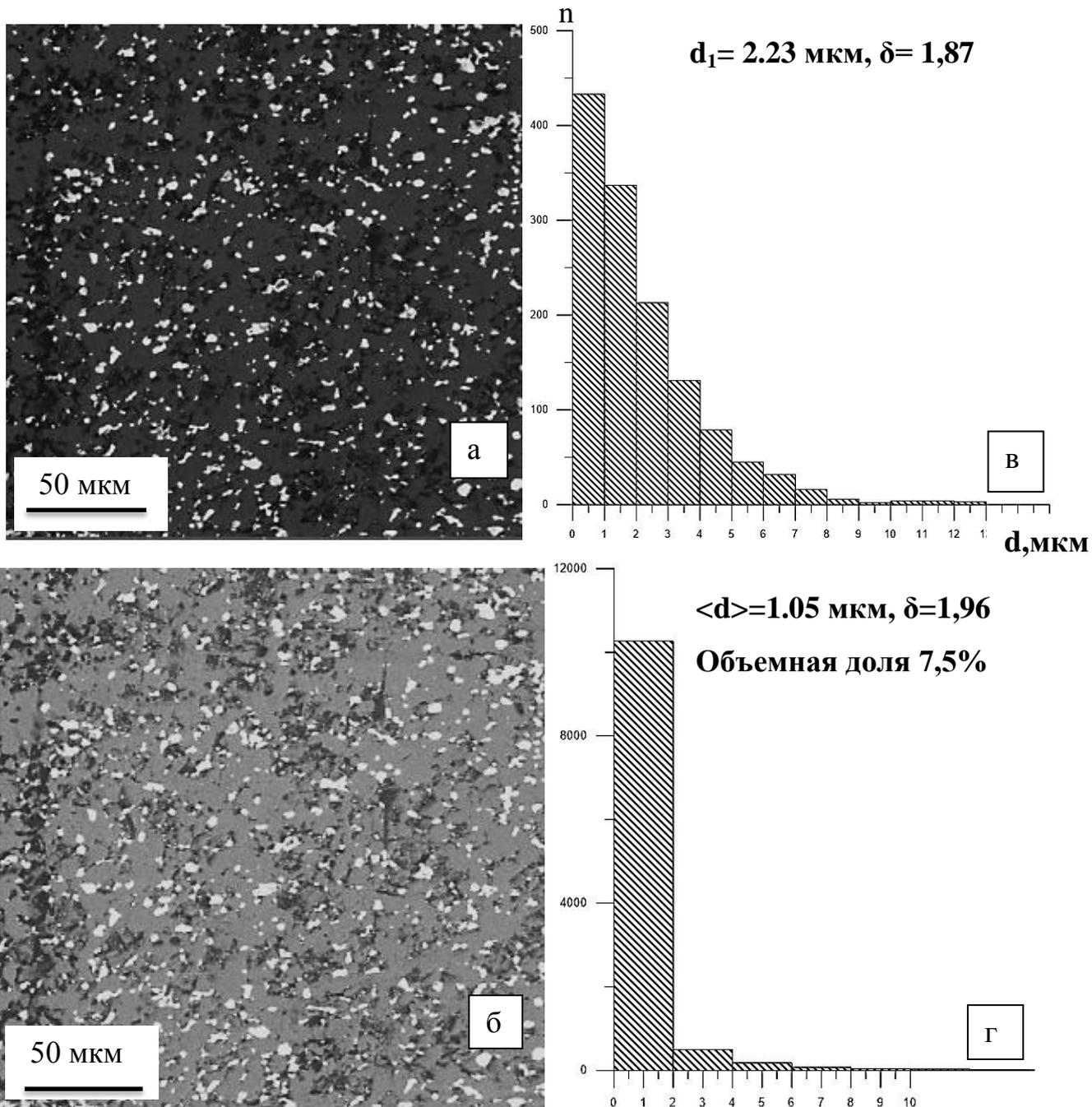


Рисунок 10 – BSE(а) и SE(б) изображения микроструктуры, распределение зерен  $ZrB_2$  (в) и пор (г) по размерам для композита

70A10Z20B\_1500\_5\_30\_10\_N

### 2.2.3. Микроструктура, фазовый состав и механические свойства композитов $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrB}_2(\text{SiC})$

Из литературных источников известно, что при спекании диборида циркония в чистом виде, для увеличения стойкости к окислению, в него добавляют до 30 об.% SiC в результате чего при спекании по границам зерен диборида циркония образуется боросиликатное стекло препятствующее его окислению, и активирующее диффузионные процессы при спекании [23]. Было решено проверить, как данный метод поможет при создании сложных многокомпонентных композиционных материалов на основе оксида алюминия. Были получены композиции содержащие оксид алюминия и диборид циркония в который добавили 30 об.% карбида кремния, и повторили эксперимент.

В результате были получены композиционные материалы состава 80об.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -20об.%  $\text{ZrB}_2(\text{SiC})$ , где  $\text{ZrB}_2(\text{SiC})$  это порошок диборида циркония с добавлением 30 объемных процентов карбида кремния. Температура горячего прессования изменялась от 1500 до 1800°C, время выдержки варьировалось от 5 до 20 минут. В результате потеря массы образца после ГП прекратилась. Пористость в образцах понизилась, и составила от 5 до 1 %, в зависимости от температуры ГП. Рентгенофазовый анализ показал (рис. 3 кривая 4) наличие фаз корунда, гексагонального диборида циркония и следы моноклинного диоксида циркония, и гексагонального карбида кремния. Следов X компоненты не установлено.

Отсутствие образования сложных оксикарбидов при ГП подтверждает растровая электронная микроскопия и элементный анализ (рис.11), которые показали, что светло серые зерна соответствуют оксиду алюминия, белые зерна – диборид циркония, а темно серые – карбид кремния.

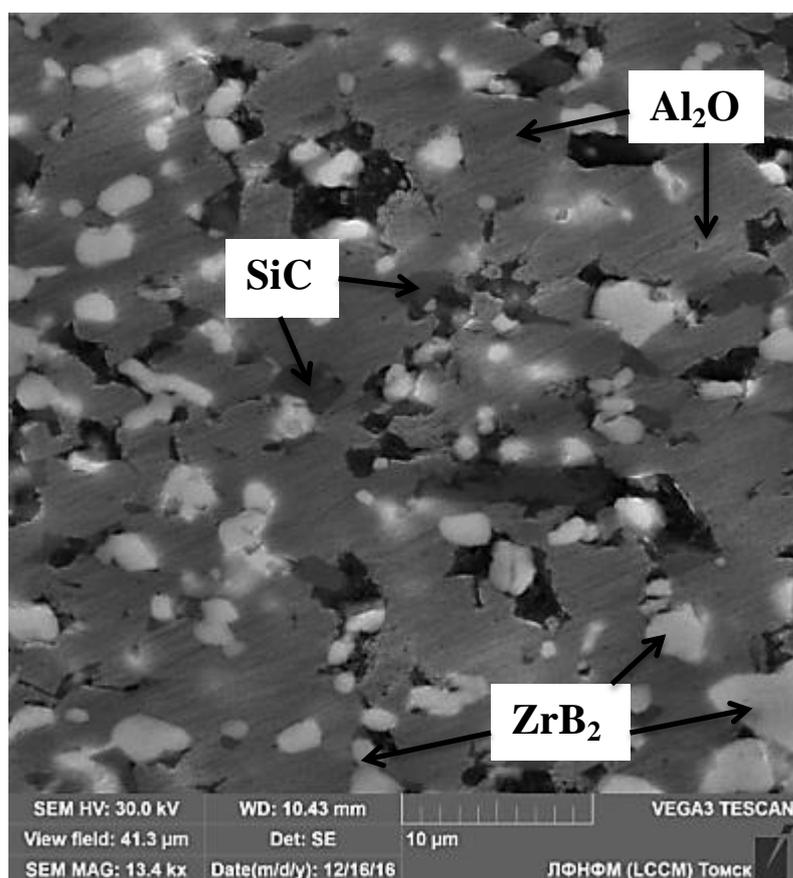


Рисунок 11 - Растровое изображение шлифованной поверхности композита 80A20B(SiC)\_1700\_5\_5\_10\_N

Далее на рисунках 12 – 16 приведены растровые изображения поверхности композитов 80A20B(SiC) в двух режимах съемки BSE(а) и SE(б), распределение зерен диборида циркония по размерам(в) и распределение пор по размерам (г) при конкретных режимах ГП. Основываясь на полученных растровых изображениях, можно с уверенностью сказать, что распределение зерен диборида циркония и карбида кремния в матрице оксида алюминия получилось равномерным, средний размер зерен Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> составил 2 мкм. Упрочняющая фаза представлена в основном зернами, унаследовавшие свой размер от исходных частиц порошка, но встречаются и крупные включения ZrB<sub>2</sub>, обусловленные наличием крупных агломератов в исходном порошке, которые не удалось разрушить ультразвуковым воздействием при получении порошковых композиций. Зерна карбида кремния так же распределены равномерно и имеют как правило крупные размеры более 5 мкм и их форма вытянута в направлении перпендикулярном направлению сжатия при ГП.

Пористость в образцах представлена в основном изолированными порами, лежащими по границам зерен или на стыках нескольких зерен и обусловлены диффузионными процессами при ГП. Средний размер пор составляет порядка 1 мкм. Все полученные данные на основе растровых снимков были обобщены в таблице 5.

Таблица 5 – Влияние режимов ГП, на средний размер зерен ( $D$ )  $ZrB_2$  и их объемную долю ( $V$ ) в матрице из  $Al_2O_3$ , и на средний размер пор ( $d$ ) в полученных композитах.

Состав	Температура, °C	Выдержка, мин	$D_{ZrB_2}$ , мкм	V, %	$d_{пор}$ , мкм
80A20B(SiC)	1500	20	1.99	19	1,26
80A20B(SiC)	1550	20	1.77	15.39	1,04
80A20B(SiC)	1700	5	2.23	17	1,31
80A20B(SiC)	1700	10	2.21	18.9	1,36
80A20B(SiC)	1800	5	2.27	15	1,44

Из таблицы видно, что средний размер зерен диборида циркония увеличивается с ростом температуры ГП от 1,7 до 2,27 мкм, что свидетельствует о процессах коагуляции и сфероидизации зерен. Объемная доля зерен диборида циркония практически не зависит от режимов ГП и составляет порядка 19% что совпадает с исходным количеством порошка в композиции, единственное при температуре 1800°C объемная доля диборида циркония уменьшается до 15%.

Испытания на твердость по методу Викерса с нагрузкой 2 кг показали, что твердость композитов увеличивается от 16.6 до 19.1 ГПа с увеличением температуры от 1550-1800°C, что косвенно связано с ростом плотности образцов.

Расчет вязкости разрушения по длинам трещинам выходящих из вершин отпечатков алмазной пирамиды Викерса показал, что вязкость растет с увеличением температуры ГП от 4,2 до 5,5 МПа\*м<sup>1/2</sup>. Максимальные показатели твердости и вязкости разрушения наблюдаются в образце 80Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20ZrB<sub>2</sub>(SiC)

после спекания при 1800°C. Данные об основных механических свойствах композитов 80об.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20об.% ZrB<sub>2</sub>(SiC) представлены в Таблице 6.

Таблица 6 - Механические свойства керамических композиционных материалов 80Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20ZrB<sub>2</sub>(SiC).

Температура, °С	Выдержка, мин	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Пористость	Пористость РЭМ	Твердость, ГПа	K <sub>1с</sub> , МПа*м <sup>1/2</sup>
1500	20	4,1	4	6,4	16,3	4,2
1550	20	4,17	2	1,12	16,6	
1700	5	4,2	1	2,8	18	5,4
1700	10	4,18	2	2,14	18,9	4,5
1800	5	4,18	2	2	19,1	5,5

Микроанализ поверхности разрушения композита (рис. 17 б) показал, что разрушение идет по транскристаллитному пути, что свидетельствует о высокой прочности связи по границам зерен между компонентами. Микроанализ изображений отпечатков алмазной пирамиды Викерса (рис. 17 в) и трещин выходящих из вершин отпечатков (рис. 17 г), показал, что при движении трещины через зерна матрицы наблюдается транскристаллитный путь, когда трещина натывается на зерна диборида циркония, то возможны два варианта движения трещины, в первом случае если зерно ZrB<sub>2</sub> меньше 3 мкм, то трещине энергетически выгодно пройти по границе зерна, в обратном случае, трещина движется сквозь зерно. В любом случае происходит значительное ветвление трещины и как следствие уменьшение ее энергии, что приводит к торможению трещины и повышению вязкости разрушения композита в целом.

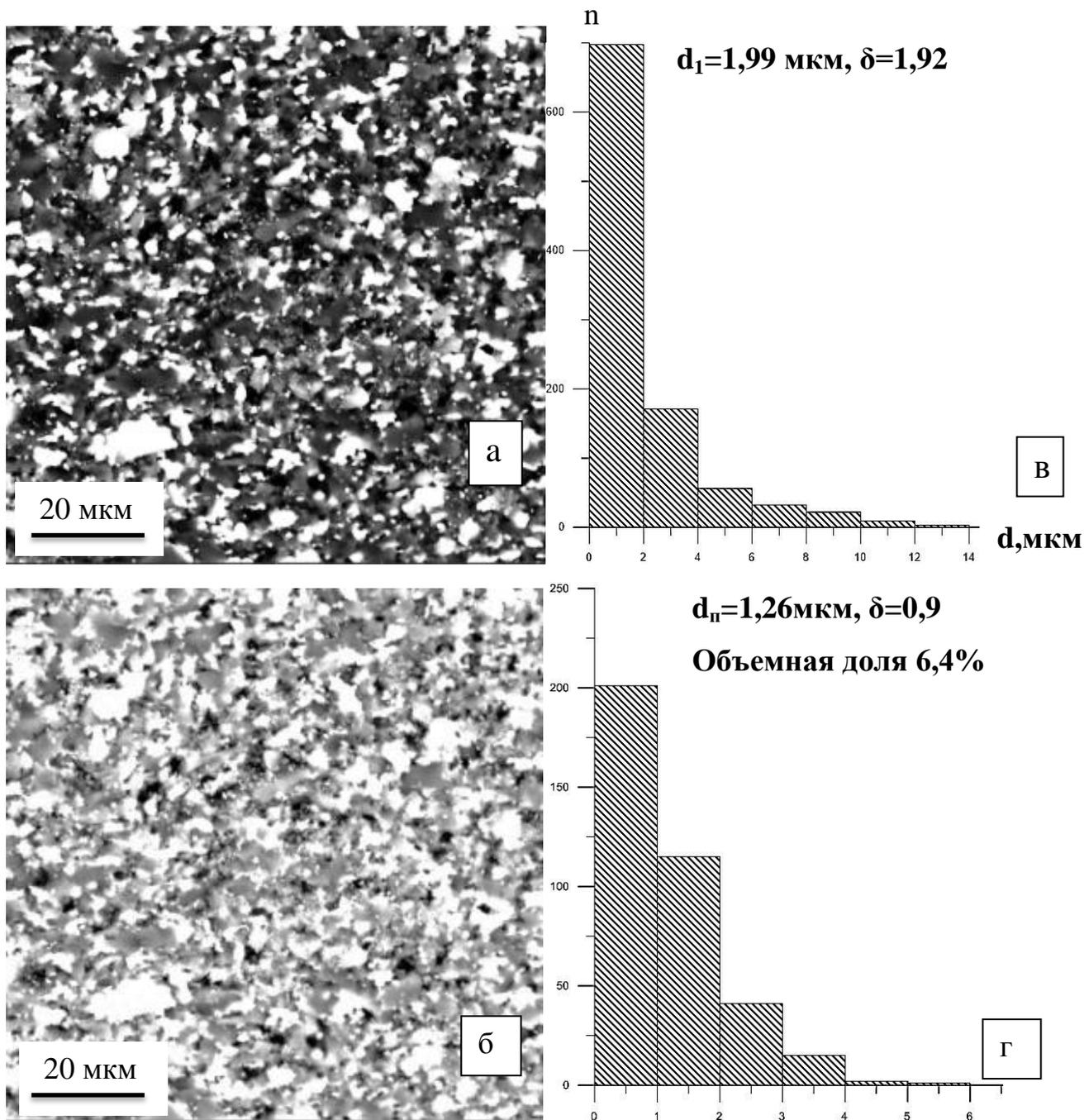


Рисунок 12 - Микроструктура (а) и распределение зерен ZrB<sub>2</sub> по размерам и объем занимаемый зернами (б) для композита 80A20B(SiC)\_1500\_5\_20\_10\_Ar

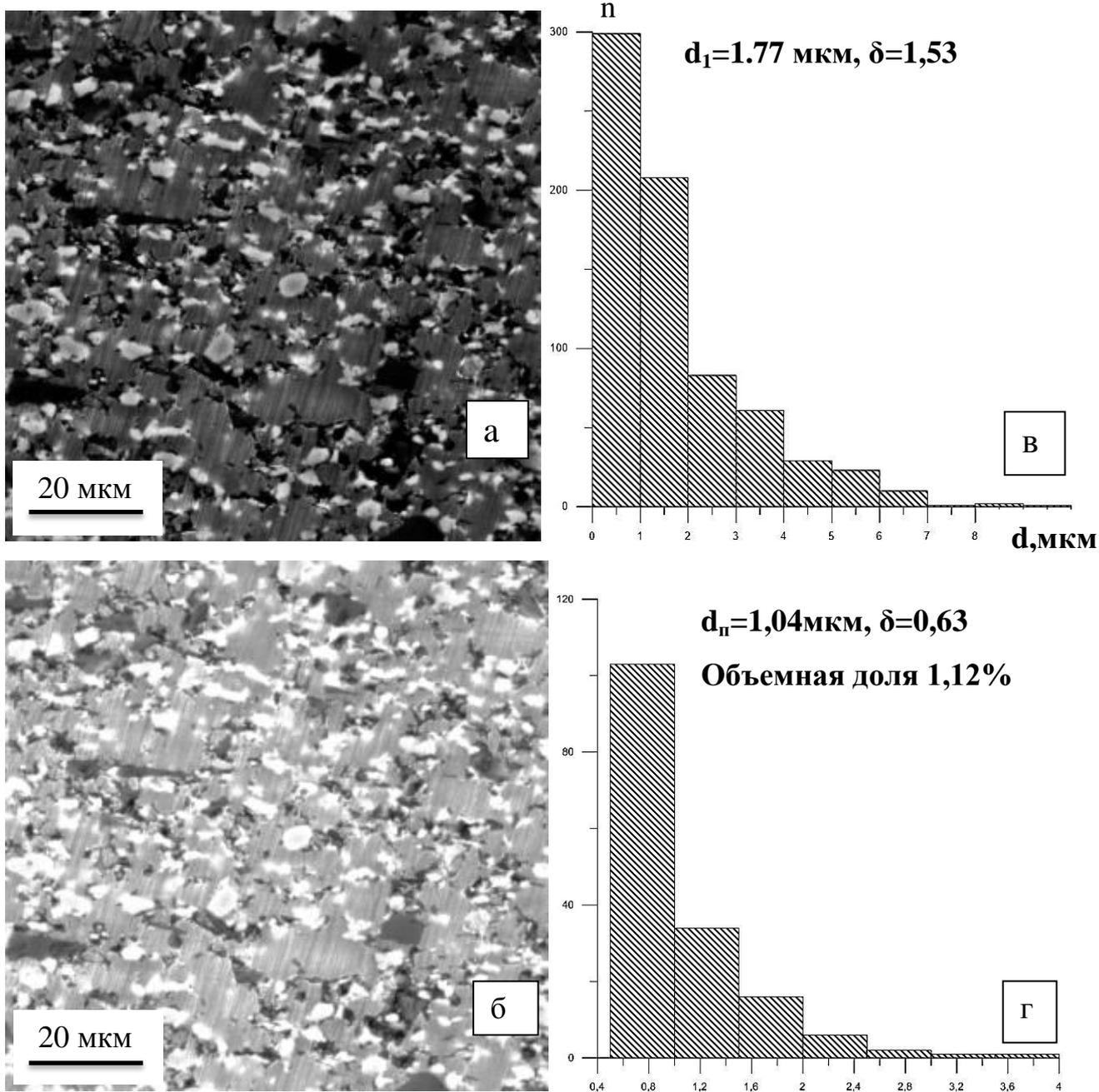


Рисунок 13 - Микроструктура (а) и распределение зерен ZrB<sub>2</sub> по размерам и объем занимаемый зернами (б) для композита 80A20B(SiC)\_1550\_5\_20\_10\_Ar

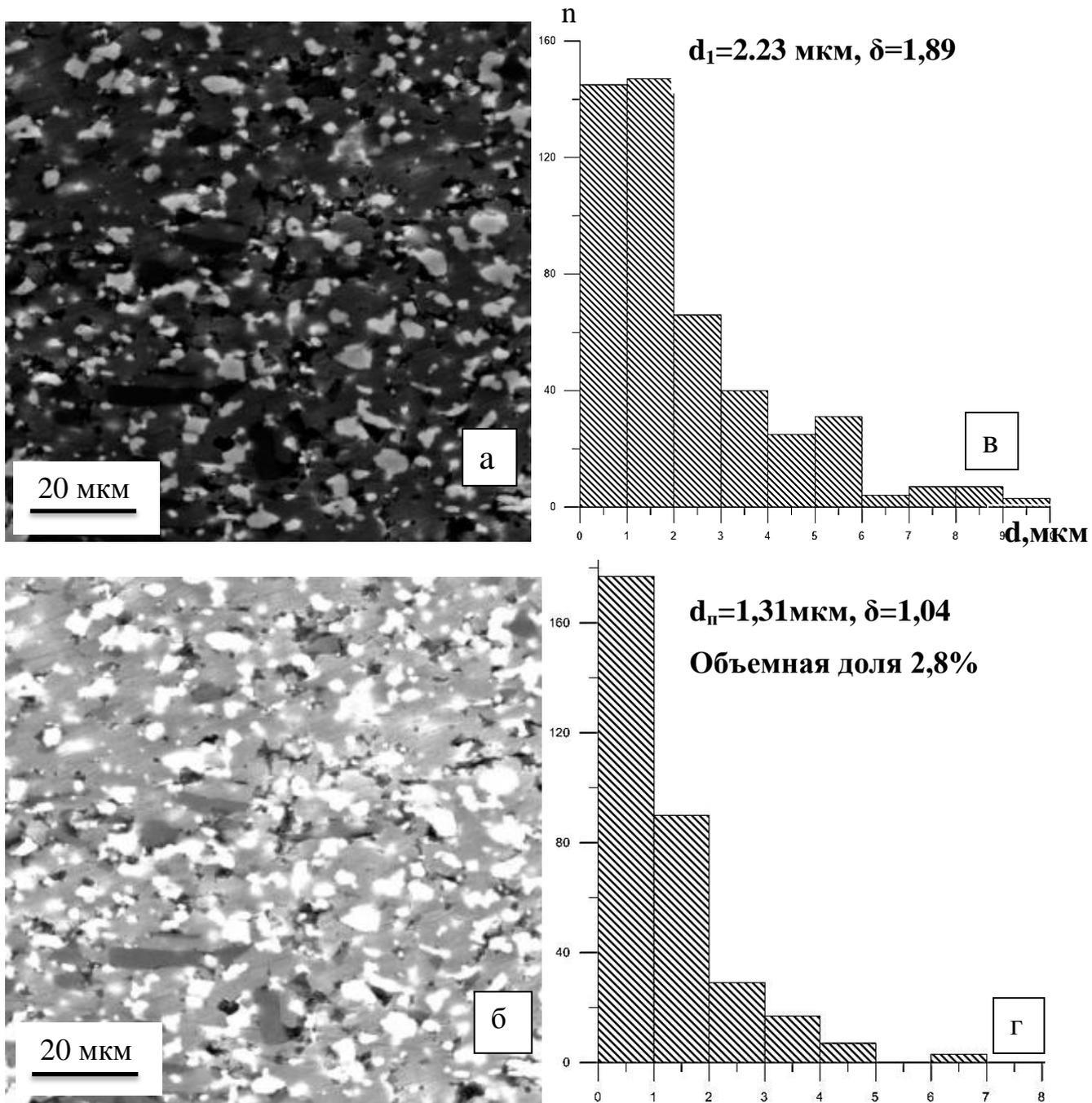


Рисунок 14 - Микроструктура (а) и распределение зерен ZrB<sub>2</sub> по размерам и объем занимаемый зернами (б) для композита 80A20B(SiC)\_1700\_5\_5\_10\_N

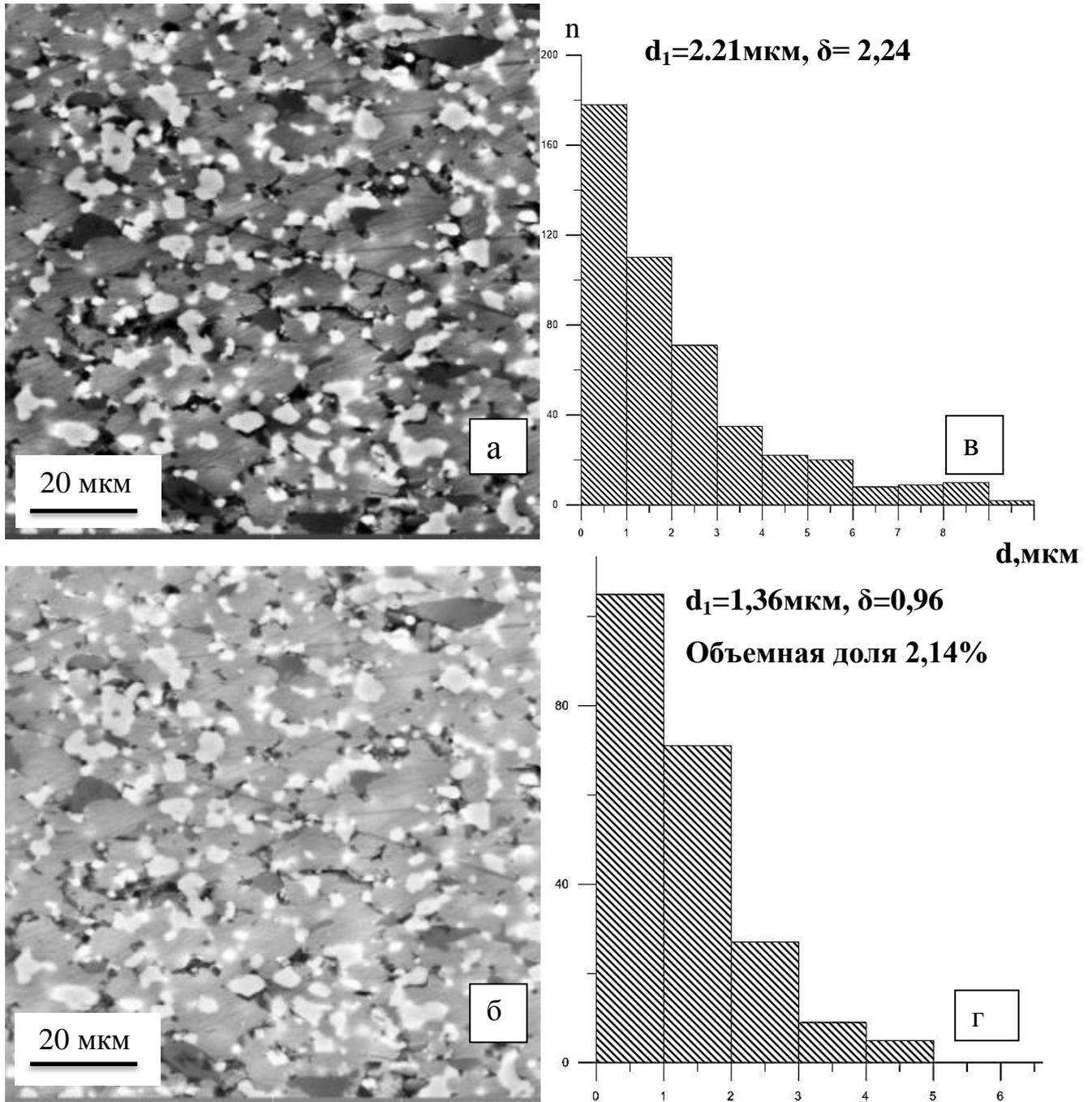


Рисунок 15 - Микроструктура (а) и распределение зерен ZrB<sub>2</sub> по  $d, \text{мкм}$  рам и объем занимаемый зернами (б) для композита 80A20B(SiC)\_1700\_5\_10\_10\_N

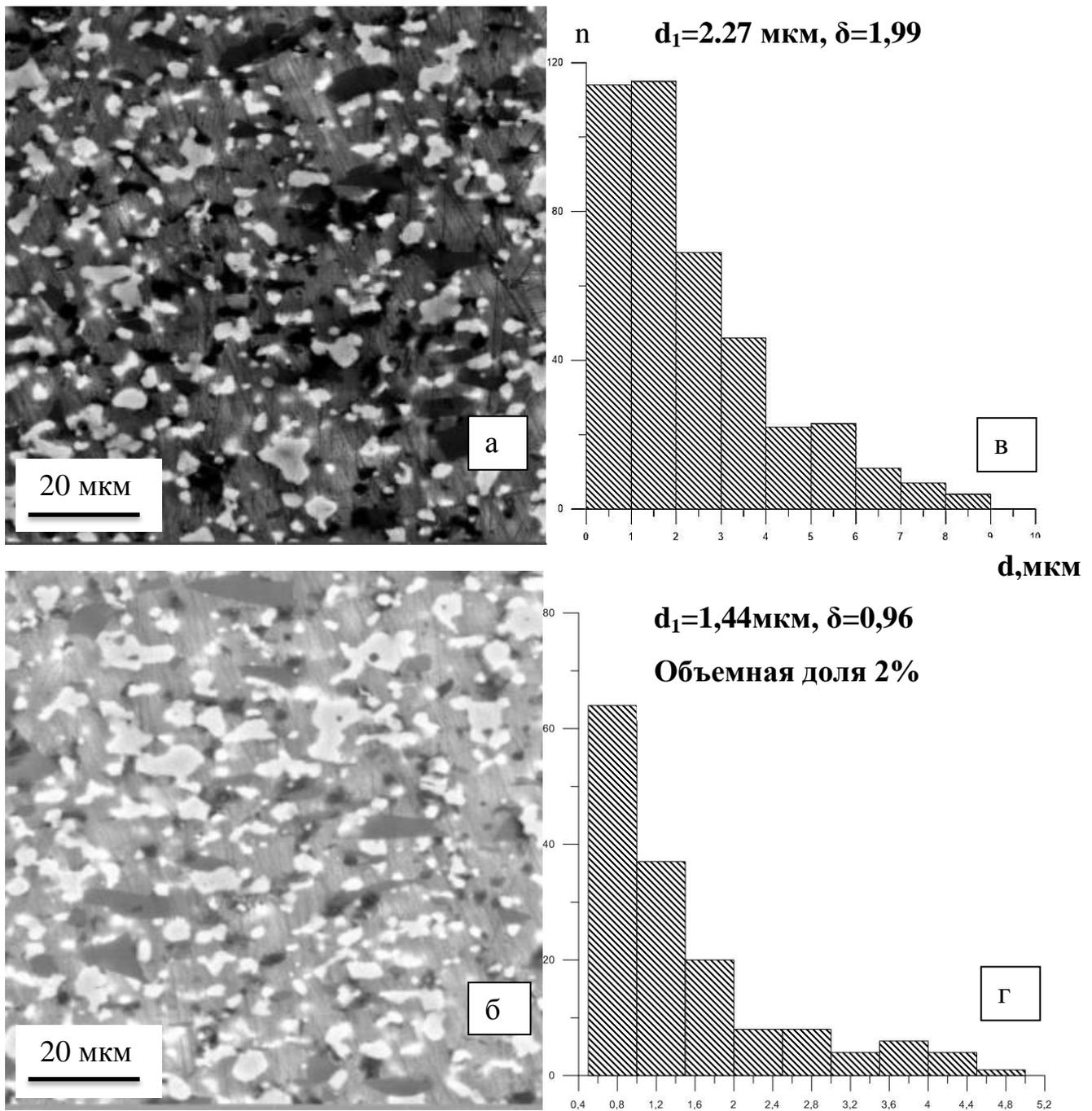


Рисунок 16 - Микроструктура (а) и распределение зерен ZrB2 по размерам и объем занимаемый зернами (б) для композита

80A20B(SiC)\_1800\_5\_5\_10\_N

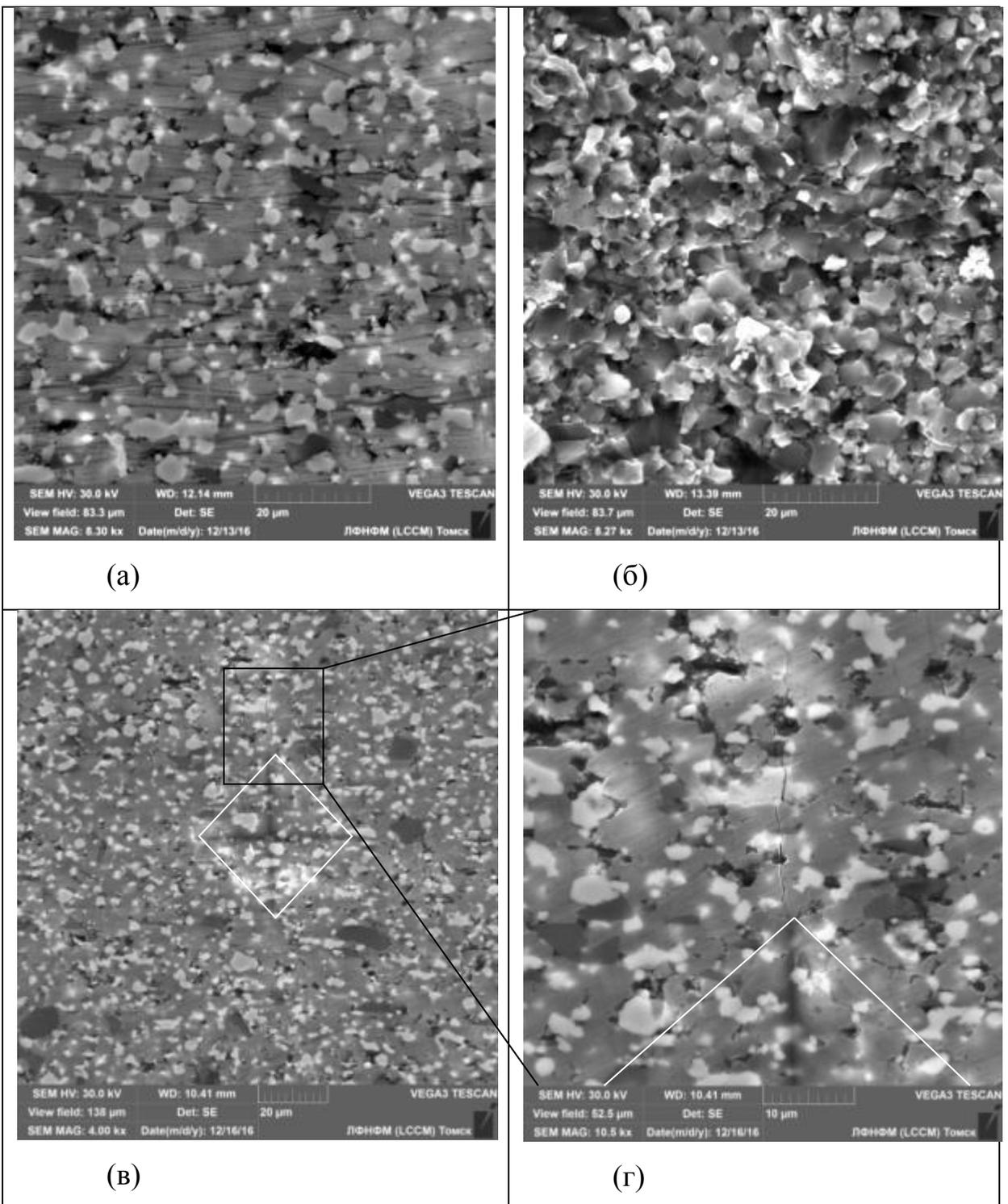


Рисунок 17 Типичные изображения структуры композита  $80\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}20\text{ZrB}_2(\text{SiC})$  шлиф (а), поверхность разрушения (б), отпечаток пирамиды Викерса (в), характер движения трещины из угла отпечатка (г).

### 3. «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
4БМ5В	Гриковой Анастасии Андреевне

<b>Институт</b>	<b>ИФВТ</b>	<b>Кафедра</b>	Материаловедения в машиностроении
<b>Уровень образования</b>	Магистрант	<b>Направление/специальность</b>	150100 Материаловедение и технологии материалов

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

1. <i>Стоимость затрат научного исследования (НИ): на зарплату, страховые отчисления, прочие и накладные расходы</i>	Итоговая стоимость затрат на НИ составит 87699 рублей. 35% от этой суммы составит отчисление заработной платы, 10% страховые и пенсионные отчисления. Страховые отчисления определяются Федеральным законом от 24.07.2009 №212-ФЗ.
2. <i>Продолжительность выполнения НИ</i>	Оценка продолжительности выполнения НИ показала, что календарная продолжительность составит 91 дней.

#### Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка потенциала и перспективности реализации НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	SWOT-анализ позволил провести оценку потенциала и перспективности реализации научно-исследовательского проекта. Увидеть слабые и сильные стороны проекта, возможности и угрозы.
2. <i>Планирование и формирование графика работ по реализации НИ</i>	Построен график выполнения работ, рассчитана трудоемкость, как дипломника, так и руководителя.
3. <i>Формирование сметы</i>	В процессе формирования сметы НИ используется следующая группировка затрат по статьям: <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Материалы</li> <li>✓ Амортизация</li> <li>✓ Электроэнергия</li> <li>✓ Полная заработная плата исполнителей;</li> <li>✓ Отчисления во внебюджетные фонды; накладные расходы</li> <li>✓ Накладные расходы.</li> </ul>

#### Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

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

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры МЕН, НИИ ТПУ	Петухов Олег Николаевич	к.э.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5В	Грикова Анастасия Андреевна		

## **Введение**

В данном разделе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» основной целью которого создание конкурентоспособных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения. В качестве разработки, которое планируется изготовить и исследовать в аналитической лаборатории, является материал нового поколения на основе оксида алюминия с добавками диборида и оксида циркония.

Достижение цели обеспечивается решением задач:

- оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований;
- определение возможных альтернатив проведения научных исследований, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения;
- планирование научно-исследовательских работ;
- определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

### 3.1. Предпроектный анализ

#### Потенциальные потребители результатов исследования

Произведя анализ рынка потенциальных потребителей, необходимо обратить внимание на то, что разработка данного материала на сегодняшний день является актуальной. Перед разработчиком стоит задача создать материал с широким диапазоном свойств, отвечающих требованиям конкретного потребителя, что рассчитано на потребителей обеспеченных финансово. Мой материал предназначен для промышленности, а именно изделия новых поколений гиперзвуковой авиации, авиационно-космической и ракетной техники, а так же электроники и машиностроения. Изделие направлено для продажи скорее крупным производствам, где главными критериями сегментирования являются спрос и отрасли промышленности (выбираются два наиболее значимых для рынка). В связи с этим строится карта сегментирования рынка[28].

Таблица 7 - Карта сегментирования рынка

		Отрасли промышленности				
		Авиация	Электроника	Медицина	Машиностроение	Химическая пр-сть
Спрос	Низкий	-	-	-	-	-
	Средний	-	+	+	-	+
	Высокий	+	-	-	+	-

Можно сказать, что в разработке нового материала есть преимущества, а именно отсутствие конкурентов. В данном примере показано, что спрос на данный материал может быть в различных областях промышленности. Видно, что на рынке по производству материала основная целевая аудитория – это авиация и машиностроение. Остальные же виды промышленности тоже заинтересованы в приобретении нового материала, но возможно не все свойства отвечают их требованиям. Из этого можно сделать вывод, что нам необходимо разработать

материал, который бы заинтересовал те не занятые сегменты на рынке, т.е. рассмотреть все возможные комбинации и составы материала.

### Анализ конкурентных технических решений

Для того чтобы оценить возможности противостоять конкуренции со стороны других производителей похожих продукций был произведен анализ информации и конкурентных разработках.

В качестве основных конкурентов были выбраны следующие аналогичные материалы:

- Материал разрабатываемый в рамках ВКР (в таблице «Б1»);
- Российский химико-технологический университет, керамика  $Al_2O_3-ZrO_2$  в таблице «Б2»);
- Казанский национально исследовательский технологический университет, керамика  $Al_2O_3-ZrO_2$  (в таблице «Б3»);
- «Вириал» г. Санкт-Петербург, Керамика на основе диоксида циркония ( $ZrO_2$ ) частично стабилизированного оксидом иттрия ( $Y_2O_3$ ) (в таблице «Б4»).

Таблица 8-Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес	Баллы				Конкурентоспособность			
		Б <sub>1</sub>	Б <sub>2</sub>	Б <sub>3</sub>	Б <sub>4</sub>	К <sub>1</sub>	К <sub>2</sub>	К <sub>3</sub>	К <sub>4</sub>
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>									
Износостойкость	0,2	5	3	4	4	1	0,6	0,8	0,8
Жаропрочность	0,25	5	3	3	3	1,25	0,75	0,75	0,75
Твердость	0,08	5	4	3	4	0,4	0,32	0,24	0,32
Прочность	0,07	5	4	4	4	0,35	0,28	0,28	0,28
Функциональность	0,04	5	3	4	4	0,2	0,12	0,16	0,16

<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>									
Конкурентоспособность на рынке	0,09	4	3	5	5	0,36	0,27	0,45	0,45
Уровень проникновения на рынок	0,03	5	3	5	3	0,15	0,09	0,15	0,09
Цена	0,08	4	5	4	4	0,32	0,4	0,32	0,32
Предполагаемый срок эксплуатации	0,09	5	4	4	4	0,45	0,36	0,36	0,36
Послепродажное обслуживание	0,07	4	4	4	5	0,28	0,28	0,28	0,35
<b>Итого:</b>	<b>1</b>	<b>47</b>	<b>36</b>	<b>40</b>	<b>40</b>	<b>4,76</b>	<b>3,47</b>	<b>3,79</b>	<b>3,88</b>

Итогами данного анализа является выработка конкурентных преимуществ, которые помогут новому материалу найти внимание покупателей. При стандартном наборе определяющих свойств и механических характеристик, которые заинтересовали бы покупателя, таких как износостойкость, прочностью, стойкостью к ударным нагрузкам. Так как наш материал является новейшей разработкой, то он должен иметь самые высокие параметры.

### **SWOT-анализ**

Таблица 9 - Матрица SWOT

	<b>Сильные стороны</b>	<b>Слабые стороны</b>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Получение высококачественных изделий</li> <li>2. Используются современные и доступные материалы.</li> <li>3. Новейший материал, следовательно, меньше конкурентов.</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Недостаточно информации и литературы по данной технологии.</li> <li>2. Процесс долгосрочный</li> <li>3. Высокая стоимость проекта (а именно оборудование)</li> </ol>

	<p>4.Применяют в различных отраслях промышленности, высокий спрос.</p> <p>5.Квалифицированная команда.</p>	<p>4.Сложность подбора режима и компонентов.</p>
<p><b>Возможности</b></p> <p>1.Тенденция к увеличению спроса на более высокие механические характеристики материалов. 2.Появление дополнительного спроса на новый материал. 3.Возможность получения грантов</p>	<p>-Поскольку на рынке отсутствует данные разработки, то увеличивается возможность привлечения внимания клиентов, а материал будет обладать высокой конкурентоспособностью.</p> <p>-Продукт легко войдет на рынок за счет того, что сейчас востребованы композиты, обладающие повышенной прочностью.</p>	<p>-Из-за отсутствия финансирования разработка данного проекта может прекратиться и не раскрыть своего потенциала.</p>
<p><b>Угрозы</b></p> <p>1. Отсутствие мотивации (в том числе и материальной) к дальнейшему развитию проекта. 2. Развитая конкуренция. 3. Отсутствие спроса на новые технологии, предприятия могут не рисковать и не применять новые материалы. 4.Возможный рост стоимости сырья.</p>		

Таблица 10 - Интерактивная матрица проекта

Возможности проекта	Сил1	Сил2	Сил3	Сил4
В1	+	-	-	+
В2	+	0	+	+
В3	0	-	-	-
	Сл1	Сл2	Сл3	Сл4
У1	-	-	+	+
У2	-	-	-	+
У3	+	-	-	-

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта. На основе SWOT-анализа можно сделать выводы, что данное научное исследование обладает весомыми сильными сторонами: уникальность метода, получение высококачественных заготовок и образцов, малое время получения одной детали. К главным недостаткам же можно отнести сложность режима подбора или не существования режима для получения необходимых эксплуатационных, механических требований, малая величина обрабатываемой поверхности. Главной возможностью метода, применяемого в научном исследовании, является появление дополнительного спроса, а так же получения грантов, за счет уникальности материала. Также возможны значительные угрозы не подбор режима и в случае увеличения количества заказов, они не будут выполняться в срок, что повлечет за собой отток заказов.

### **Оценка готовности проекта к коммерциализации.**

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения.

Таблица 11 - Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

№	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	5
3	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	5
4	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	3	4
5	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	5
6	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	4	4
7	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	5	5
8	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	4	4
9	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	3	4
10	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	4	5
11	Проработаны вопросы финансиро-	4	3

	вания коммерциализации научной разработки		
12	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	5	5
13	Проработан механизм реализации научного проекта	5	4
	Итоговый балл	55	57

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации определяется как суммарное количество баллов по каждому направлению. Это значение позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. Так для нашего исследования данные значения попадают в диапазон от 59 до 45 – то перспективность нашего исследования можно считать выше среднего. Для повышения перспективности этого проекта необходимо проработать каждый пункт, особое внимание уделить определению пути продвижения научной разработки на рынок и разработать стратегию реализации научной разработки.

### **Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования**

При коммерциализации научно-технических разработок мы преследуем вполне определенную цель, которая во многом зависит от того, куда в последующем он намерен направить (использовать, вложить) полученный коммерческий эффект. При этом время продвижения товара на рынок во многом зависит от правильности выбора метода коммерциализации. Выбирая метода коммерциализации объекта исследования необходимо сохранить технологию изготовления и соотношения материалов в тайне. Для того чтобы в дальнейшем конкуренты не производили наш материал [29].

Согласно исследованию по разработке материала можно использовать следующие методы коммерциализации научных разработок:

1. Торговля патентными лицензиями, т.е. передача третьим лицам права использования объектов интеллектуальной собственности на лицензионной основе. Таким образом, мы сможем избежать появления конкурентов.

2. Инжиниринг как самостоятельный вид коммерческих операций предполагает предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом, другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно-технических услуг, связанных в данном случае с изготовлением изделия с заданными параметрами материала и вводом объекта в эксплуатацию.

### **Инициация проекта**

Цели и результат проекта - получить композит на основе оксида алюминия и добавок в него диоксида циркония и диборида циркония. Результатом будет представлено исследование его структуры и физико-механических свойств.

Таблица 12 - Цели и результат проекта

<b>Цели проекта:</b>	Получить трехкомпонентный композит.
<b>Ожидаемые результаты проекта:</b>	Полученный композит отвечает всем техническим параметрам указанным ранее.
<b>Критерии приемки результата проекта:</b>	Основными критериями приемки проекта послужит исследовательская часть ВКР, где представлены основные параметры материала.
<b>Требования к результату проекта:</b>	Увеличения эксплуатационных характеристик керамики за счет: добавок в нее диоксида циркония и диборида циркония; оптимизации режимов компактирования, обеспечивающих получение плотной структуры

## Организационная структура проекта

Таблица 13 - Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1	Грикова А.А, студент	Дипломник	Исполнитель проекта	355
2	Григорьев М.В., н.с.	Научный руко- водитель	Руководитель проекта	95

### 3.2. Планирование управления научно-техническим проектом

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения данных целей.

#### Контрольные события проекта

В рамках данного раздела необходимо определить ключевые события проекта, определить их даты и результаты, которые должны быть получены по состоянию на эти даты.

Таблица 14 - Контрольные события проекта

Основные этапы	№	Содержание работ	Исполнитель
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Дипломник
	3	Изучение уже существующих решений в данной области	Дипломник
	4	Изучение зарубежной	Дипломник

		литературы	
	5	Выбор направления исследований	Руководитель, дипломник
	6	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, дипломник
Теоретические и экспериментальные исследования	7	Создания образцов из чистых материалов	Дипломник
	8	Выбор и описание материала и метода изготовления	Дипломник
	9	Исследование по части «Социальная ответственность»	Дипломник, координатор по части «Социальная ответственность»
	10	Исследование по части «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	Дипломник, координатор по части «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»
	11	Изготовление и исследование материала	Дипломник, руководитель
Обобщение и оценка результатов	12	Оценка эффективности полученных результатов	Дипломник, руководитель
	13	Оценка целесообразности проведения дальнейших исследований по данной теме	Дипломник, руководитель

## План проекта

Трудовые затраты в большинстве случаев образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования [30].

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости  $t_{ожі}$  используется следующая формула:

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

где  $t_{ожі}$  – ожидаемая трудоемкость выполнения  $i$ -ой работы чел.-дн.;

$t_{mini}$  – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы;

$t_{maxi}$  – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы.

Продолжительность каждой работы в рабочих днях:

$$T_{pi} = \frac{t_{ож,i}}{Ч_i};$$

где  $T_{pi}$  – продолжительность одной работы, раб. дн.;

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

Длительность работ в календарных днях:  $T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{кал}$ ;

где  $T_{ki}$  – продолжительность выполнения  $i$ -ой работы в календарных днях;

$k_{кал}$  – коэффициент календарности;

Коэффициент календарности:

$$k_{кал} = \frac{T_{калл}}{T_{калл} - T_{вых} - T_{пр}};$$

где  $T_{калл}$  – количество календарных дней в году;

$T_{вых}$  – количество выходных дней в году;

$T_{пр}$  – количество праздничных дней в году.

Таблица 15 - Временные показатели проведения научного исследования

№	Содержание работ	Мин. время выполнения (дн.)	Макс. время выполнения (дн.)	Ожидаемая трудоемкость выполнения,	Длительность работ в рабочих днях	Длительность работ в календарных днях
1	Составление и утверждение технического задания (Р)	2	3	2,4	2,4	3,5
2	Подбор и изучение материалов по теме (Р+Д)	10	20	14	14	19,6
3	Изучение уже существующих решений в данной области (Д)	4	5	4,4	4,4	6,2
4	Изучение зарубежной литературы (Д)	4	5	4,4	4,4	6,2
5	Выбор направления исследований (Р+Д)	2	3	2,4	1,2	1,7
6	Календарное планирование работ по теме (Р+К)	1	2	1,4	0,7	0,98

7	Создание образцов из чистых материалов(Д)	7	10	8,2	8,2	12
8	Выбор и описание материала и способа изготовления (Д)	2	3	2,4	2,4	3,4
9	Исследование по части «Социальная ответственность» (Д+К)	4	6	4	2	2,8
10	Исследование по части «Финансовый менеджмент(Д+К)	4	6	4	2	2,8
11	Изготовление и исследование материала (Д)	15	20	17	17	23,8
12	Оформление пояснительной записки (Д+Р)	7	8	7,4	3,7	5,2
13	Оценка результатов (Р+Д)	3	4	3,4	1,7	2,3
Итого:		66	95	75,4	64,1	91

По результатам расчетов строится диаграмма Ганта, приведенная в таблице. На основе анализа составленной диаграммы Ганта можно сделать вывод, что продолжительность работ составляет 11 декад, начиная с первой декады марта и заканчивая второй декадой июня. Можно предположить, что объем работ, в ходе исследования, может быть увеличен или наоборот сокращен, в зависимости от полученных результатов.

Показатели рабочего времени	Руководитель	Дипломник
Календарное число дней работы	19	101
Количество нерабочих дней за период выполнения проекта	6	30
Продолжительность выполнения проекта, в рабочих днях	18	91

Таблица 16 - Календарный план-график для Исполнения №1

№	Вид работ	$T_{k,i}$ , кал.дн.	Продолжительность выполнения работ													
			Февр		Март		Апр		Май		Июнь					
1	Составление и утверждение технического задания	3,5	■													
2	Подбор и изучение материалов по теме	19,6		■	■	■	■	■								
3	Изучение уже существующих решений в данной области	6,2				■	■	■								



## Бюджет научного исследования

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением.

Составление сметы научного исследования является необходимым условием. Она должна отражать все расходы связанные с выполнением данного исследования. В процессе формирования бюджета НИ используется следующая группировка затрат по статьям: 1) сырье, материалы; 2) амортизация; 3) электроэнергия; 4) полная заработная плата; 5) дополнительная заработная плата; 6) отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления); 7) накладные расходы [31].

**1) Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов)** Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам.

Таблица 17-Расчет бюджета затрат на приобретение спецоборудования для научных затрат

Наименование	Количество	Цена кг, руб	Расход	Затраты,руб.
Оксид алюминия AlO <sub>3</sub>	2 кг	1000	1-1,5 кг	1500
Оксид циркония ZrO <sub>2</sub>	1 кг	2000	300 гр	600
Диборид циркония ZrB <sub>2</sub>	1 кг	3000	300 гр	900
Алмазные пасты	100гр	100	800гр	800
Спирт	1	240	1л	240
Итого:				4 040

## 2) Затраты на амортизацию

Рассчитываются по формуле:

$$Z_{об} = (Ц \cdot F_{ф}) / (F_{н} \cdot F_{сс}) \quad (4.5)$$

где Ц – цена оборудования, руб.;

F<sub>н</sub> – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч;

$F_{сс}$  – срок службы оборудования, год;

$F_{ф}$  – фактическое время занятости оборудования, ч.

$F_{н} = 250$  дней = 2000 ч. Вычисленная амортизация оборудования представлена в таблице 18.

Таблица 18 –Амортизация.

№	Наименование оборудования	Ц, руб	$F_{сс}$ , год	$F_{ф}$ , ч	$Z_{об}$ , руб
1	Печи горячего-прессования	2 000 000	20	100	5 000
2	Микротвердомер ПМТ-3	50 000	10	100	1 250
3	Оптический микроскоп	30 000	10	500	750
4	Компьютер	20 000	5	1000	2 000
Итого:					9 000

### 3) Электроэнергия

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$\mathcal{E} = \mathcal{C} \cdot N \cdot n \cdot t_{зан.ч}, \quad (4.5)$$

где  $\mathcal{C}$  — стоимость 1 кВт/ ч электроэнергии, руб;

$N$  — мощность оборудования, кВт;

$n$  — количество единиц оборудования одного вида, ед.;

$t_{зан.ч}$  — время занятости оборудования, ч.;

Таблица 19 - Электроэнергия

№	Наименование оборудования	Ц, руб	$N$ , кВт	$n$	$t_{зан.ч}$ , ч.	Затраты, р.
1	Печи горячего-прессования	4,36	25	1	100	10 900
2	Микротвердомер ПМТ-3	4,36	1	1	100	436
3	Оптический микроскоп	4,36	3	1	500	6 540
4	Компьютер	4,36	0,3	1	1000	1 308
						19 184

#### 4) Основная заработная плата исполнителей темы

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов и тарифных ставок. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 –30 % от тарифа или оклада. Размер основной заработной платы устанавливается, исходя из численности исполнителей, трудоемкости и средней заработной платы за один рабочий день.

$$ЗП_{\text{осн}} = \sum_{i=1}^n T_i \cdot СЗП$$

где n - количество участников в i-ой работе,

$T_i$  - затраты труда (трудоемкость), необходимые для выполнения i-го вида работ.

СЗП - среднедневная заработная плата исполнителя, выполняющего i-ый вид работ, (руб/дней).

Среднедневная заработная плата определяется по формуле:

$$C_{зпi} = \frac{D + D \cdot K}{F};$$

Таблица 20 - Расчет основной заработной платы

Исполнитель	Оклад, руб.	Средняя заработная плата, руб./дн.	Трудоемкость, раб. дн.	Основная заработная плата, руб.
Руководитель	14 584	862	18	15 516
Студент	5 707	337,2	91	30 350
Итого				45 866

### 5) Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Расчет дополнительной заработной платы проводится по формуле:

$$C_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot C_{\text{осн}}$$

где  $k_{\text{доп}}$  – коэффициент заработной платы (0,15);

Расчет заработной платы равен:

$$C_{\text{зп.}} = C_{\text{осн.}} + C_{\text{доп.}}$$

Таблица 21 - Расчет дополнительной и обычной заработной платы

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	$k_{\text{доп.}}$	Дополнительная заработная плата, руб.	Заработная плата, руб.
		0,15		
Руководитель	15 516	0,15	2327	17 843
Студент	30 350		4552	34 902
Итого			6879	52 45

### б) Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Обязательные расходы отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (C_{\text{осн}} + C_{\text{доп}});$$

где  $k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и т.д.). Для учреждений осуществляющих образовательную и научную деятельность вводится пониженная ставка – 27,1 %.

Таблица 22 - Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	$k_{\text{внеб}}, \%$	Заработная плата, руб.	Страховые взносы, руб.
Руководитель	27,1	17 843	4 835
Студент		34 902	9 458
Итого:			14 293

### 7) Накладные расходы

Еще на этапе планирования проекта должна быть составлена смета затрат. Это станет основой для формирования договора с заказчиком и является минимальным в рамках данного исследования.

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$\text{Знак} = (\text{сумма статей} : 7) * 20\%$$

$$Z_{\text{накл}} = (Z_{\text{внеб}} + Z_{\text{доп}} + Z_{\text{осн}} + Z_{\text{м}}) * 20\%;$$

где  $k_{\text{нр}}$  – коэффициент, учитывающий накладные расходы, руб. Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 20%.

$$Z_{\text{накл1}} = (4040 + 9000 + 19184 + 52745) * 20\% = 16993 \text{ руб.}$$

### Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы (темы) является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции.

Таблица 23 - Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.
1. Материальные затраты НИИ	4040
2. Амортизация	9000
3. Электроэнергия	19184
4. Затраты по основной з/п	45 866
5. Затраты по доп. з/п	6879
6. Отчисления во внебюджетные фонды	14293
7. Накладные расходы	16993
8. Бюджет затрат НИИ	87669

Исходя из данных таблицы, можно сделать вывод, что общие затраты на реализацию научно-исследовательского проекта составят 87,669 тысяч рублей, из которых, приблизительно, одна треть (35,2%) составят затраты на заработную плату.

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

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

*Интегральный показатель финансовой эффективности* научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаме-

нитель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

**Интегральный финансовый показатель** разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{p,i}}{\Phi_{\text{max}}};$$

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

$\Phi_{p,i}$  – стоимость  $i$ -го варианта исполнения;

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

Допустим, что существуют два аналога-исполнителя по данному проекту где:

Текущий проект  $\Phi_{p,i} = 87699$  руб

Аналог-исполнитель 2  $\Phi_{p,i2} = 100000$

Аналог-исполнитель 3  $\Phi_{p,i3} = 95000$

Используя данные таблицы - Расчет бюджета затрат НИИ получаем:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп1}} = 0,87$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп2}} = 1$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп3}} = 0,95$$

Интегральный показатель ресурсоэффективности можно определить следующим образом:

$$I_{p,i} = \sum a_i b_i$$

где  $I_{p,i}$  – интегральный показатель ресурсоэффективности для  $i$ -го варианта разработки,

$a_i$  – весовой коэффициент  $i$ -го варианта разработки,

$b_i$  – балльная оценка  $i$ -го варианта исполнения разработки, устанавливаемая экспертным путем по выбранной шкале оценивания,

$n$  – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности в форме таблицы

Таблица 24-Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Исп. 1	Исп. 2
Износостойкость	0,45	5	3	4
Жаропрочность	0,38	5	4	4
Твердость	0,05	5	3	4
Прочность	0,04	5	3	5
Функциональность	0,2	4	3	3
Вязкость	0,06	4	4	4
Итого:	1	28	20	24
$I_{pi}$		5,64	4,08	4,56

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ( $I_{исп.i}$ ) определяется по формулам:

$$I_{исп.i} = \frac{I_{р-исп.i}}{I_{финр}}$$

Сравнительная эффективность проекта ( $\mathcal{E}_{ср}$ ):

$$\mathcal{E}_{ср} = \frac{I_{исп.1}}{I_{исп.2}}$$

Сравнительная эффективность разработок приведена в таблице:

Таблица 25 - Сравнительная эффективность разработок

Показатели	Текущий проект	Исп. 1	Исп. 2
Интегральный финансовый показатель разработки $I_{финр}$	0,87	1	0,95

Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки $I_p$	5,64	4,08	4,56
Интегральный показатель эффективности $I$	6,48	4,08	4,8
Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,56	0,85	1,17

Наименьший бюджет минимальных расходов для реализации работы проходится на текущий проект, разработка изделия составила 87699 руб.

Так же из данных проведенного анализа эффективности, можно заключить, что вариант текущего проекта является наиболее эффективным с позиции ресурсоэффективности.

Основными затратами в ходе разработки являются материальные затраты и амортизация, а так же накладные расходы на исследование и разработку, поэтому для выполнения рассматриваемого проекта сэкономить на этом виде ресурса нельзя.

#### 4. «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
4БМ52	Грикова Анастасия Андреевна

<b>Институт</b>	<i>ИФВТ</i>	<b>Кафедра</b>	ММС
<b>Уровень образования</b>	<i>Магистр</i>	<b>Направление/специальность</b>	<i>22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»</i>

#### **Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:**

<p><i>1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>– вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения)</i></li> <li><i>– опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы)</i></li> <li><i>– негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу)</i></li> <li><i>– чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)</i></li> </ul>	<p>Рабочее место – исследовательская лаборатория, где производится работа по изготовлению шлифов.</p> <p>-Возможно возникновение вредных проявлений факторов производственной среды: повышенная или пониженная относительно нормативных требований температура, влажности и подвижности воздуха; отсутствие или недостаток естественного света, недостаточная освещенность рабочей зоны; повышенный уровень ионизирующих излучений.</p> <p>-Возникновение опасных проявлений факторов: острые кромки, шероховатости на поверхностях инструментов и оборудования;</p> <p>-В случае нарушения процессов утилизации керамических порошков возможно попадания в водосточные трубы и систему водоснабжения, при этом будет происходить загрязнение литосферы, гидросферы.</p> <p>-ЧС возможен пожар при перепадах напряжений.</p>
<p><i>2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных</i></p>	<p>ГОСТ 12.1.004-91</p>

документов по теме	ГОСТ 12.1.005.88 ССБТ. ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ ГОСТ 12.3.002-75 ГОСТ Р 22.0.01-94 ГОСТ 50923- 96. СанПиН 2.24.548-96 ГОСТ 12.0.003-74 СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 ГОСТ Р 56169-2014
<b>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</b>	
<p>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой;</li> <li>– действие фактора на организм человека;</li> <li>– приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);</li> <li>– предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)</li> </ul>	<p>Анализ выявленных вредных факторов:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) Повышенная температура воздуха</li> <li>2) Запыленность воздуха рабочей зоны</li> <li>3) Токсические вещества</li> <li>4) Недостаточная освещенность</li> </ol> <p>СанПиН 2.2.4.548 – 96 СНиП II-A.8-62</p>
<p>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– механические опасности (источники, средства защиты);</li> <li>– термические опасности (источники, средства защиты);</li> <li>– электробезопасность</li> <li>– пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)</li> </ul>	<p>Анализ выявленных опасных факторов:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1)Электрический ток.</li> <li>2)Пожарная безопасность.</li> </ol>
<p>3. Охрана окружающей среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы);</li> <li>– анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы);</li> <li>– анализ воздействия объекта на литосферу (отходы);</li> <li>– разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.</li> </ul>	<p>В случае нарушения процессов утилизации керамических порошков возможно попадания в водосточные трубы и систему водоснабжения, при этом будет происходить загрязнение литосферы, гидросферы. Для утилизации мелких фракций порошков лаборатория должна иметь специализированные отстойники, в которых порошок будет происходить коагуляцию и седиментацию.</p>
<p>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– перечень возможных ЧС на объекте;</li> <li>– выбор наиболее типичной ЧС;</li> <li>– разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</li> <li>– разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС;</li> <li>– разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий</li> </ul>	<p>Рассмотрено ЧС техногенного характера -пожар. Каждый сотрудник должен проходить инструктаж и действовать исходя инструкции в случае возникновения возгорания, взрыва и других чрезвычайных ситуаций. В помещении необходимо иметь 2 огнетушителя марки ОП-3, ОУ-3, исходя из размеров помещения, а так же средства индивидуальной защиты дыхания.</p>

<p>5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны</li> </ul>	<p>Организация рабочего места должна удовлетворять требованиям СанПин 2.2.2/2.4.1340-03, ГОСТ 12.2.032-78. ГОСТ 12.3.002-75 Процессы производственные. Общие требования безопасности.</p>
<p><b>Перечень графического материала:</b></p>	
<p>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию</p>	

<p><b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b></p>	<p>14.04.2016</p>
--	-------------------

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
<p>Ассистент</p>	<p>Раденков Тимофей Александрович</p>			

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
<p>4БМ52</p>	<p>Грикова Анастасия Андреевна</p>		

## **Введение**

В данной ВКР рассматривается вопрос о получении трехкомпонентного композита на основе оксида алюминия и добавок в него диоксида циркония и диборида циркония, а так же исследование его структуры и физико-механических свойств. Были проанализированы вопросы, связанные с организацией рабочего места, производственной санитарией, техникой производственной безопасности и охраной окружающей среды. В ходе всего исследования образцы подготавливаются с помощью шлифовально-полировальных алмазных паст, после чего поступают в лабораторию, где проводятся дальнейшие исследования.

Основной целью данного раздела является создание допустимых норм для улучшения условий труда, обеспечения производственной безопасности человека, повышения его производительности, сохранения работоспособности в процессе деятельности, а также охраны окружающей среды.

Вопросы производственной и экологической безопасности рассматриваются с позиции исполнителя, непосредственно связанного с процессами исследования.

Рабочая среда, организация рабочего места должны соответствовать общепринятым и специальным требованиям техники безопасности, эргономики, нормам санитарии, экологической и пожарной санитарии. Помещение оборудовано отдельными рабочими местами для всех сотрудников и студентов, с предоставлением средств индивидуальной защиты.

## **Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:**

К производствам повышенной опасности можно отнести некоторые этапы исследования по подготовке образцов из керамики, так как рабочим в них приходится иметь дело с вредными веществами, режущими инструментами.

В рамках производства изделия, представленного в ВКР, предварительная оценка опасных и вредных факторов при проведении работ по ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ.

Группы факторов	Виды опасных и вредных факторов
Физические	Повышенная или пониженная относительно нормативных требований температура, влажности и подвижности воздуха
	Повышенный уровень шума
	Острые кромки, шероховатости на поверхностях инструментов и оборудования
	Отсутствие или недостаток естественного света, недостаточная освещенность рабочей зоны
	Повышенный уровень ионизирующих излучений
Химические	Вредные вещества; Токсические, проникающие в организм человека через органы дыхания
Психофизиологические	Статические физические перегрузки
	Монотонность труда

### **4.1. Анализ выявленных вредных факторов:**

**Повышенная или пониженная относительно нормативных требований температура, влажность и подвижность воздуха.**

Так же в ходе работы необходимо соблюдать допустимые значения на следующие производственные метеоусловия – влажность воздуха на рабочем

месте, температура воздуха, скорость движения воздуха, а так же тепловые излучения. Указанные физические свойства воздуха на рабочем месте оказывают значительное влияние на протекание жизненных процессов в организме человека. Так, при неблагоприятном микроклимате (превышение или же занижение допустимых нормативных показателей указанных в СанПиН 2.2.4.548 – 96) снижается производительность труда и ухудшается здоровье работника.

Физический опасный фактор такой, как повышенная температура поверхности образцов нагретых от трения обрабатываемых поверхностей.

Действие фактора:

- контакт с горячей (свыше 45 град. С) поверхностью может вызвать ожоги незащищенных участков тела;
- пониженная температура поверхностей холодильного оборудования, может служить причиной сосудистых заболеваний, особенно пальцев рук;

Параметром вредности является сочетание температуры, влажности и скорости движения воздуха, а также интенсивности теплового излучения от нагретых поверхностей. Температура – степень теплового комфорта. Влажность воздуха – содержание в воздухе водяного пара. Скорость движения воздуха – поток воздушных масс в зоне производства.

Неблагоприятные условия вызывают перенапряжение механизма терморегуляции, что приводит к перегреву или переохлаждению. Нарушениями механизма терморегуляции являются:

- Повышенная утомляемость;
- Снижение его производительности труда;
- Повышенный риск простудных и сердечных заболеваний.

Санитарные правила (СанПиН 2.2.4.548 – 96) устанавливают гигиенические требования к показателям микроклимата рабочих мест производственных помещений с учетом интенсивности энергозатрат работающих, времени выполнения работы, периодов года. Исходя из СанПиН 2.2.4.548 – 96 п.2 работы, выполняемые в рамках исследования, представленного в ВКР относятся к категории «1б» (интенсивность энергозатрат 121 - 150 ккал/ч (140 - 174 Вт), работы

производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением).

Таким образом, оптимальные значения физических величин для обеспечения комфортного микроклимата представлены в таблице 26:

Таблица 26 - Микроклимат

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Iб (140 - 174)	21 - 23	20 - 24	60 - 40	0,1
Теплый	Iб (140 - 174)	22 - 24	21 - 25	60 - 40	0,1

Допустимые величины микроклимата на рабочем месте

- Изменение температуры воздуха по высоте должно быть не более 3°С;
- Изменение температуры воздуха по горизонтали и изменение в течении смены не должно быть более 4 °С для категории работ «Iб».

При температуре воздуха на рабочих местах более 25 °С , допустимые величины относительной влажности воздуха не должны превышать пределы:

- 70 % - при температуре воздуха 25 °С;
- 65 % - при температуре воздуха 26 °С;
- 60 % - при температуре воздуха 27 °С;
- 55 % - при температуре воздуха 28 °С.

Для профилактики неблагоприятного воздействия микроклимата должны быть использованы защитные мероприятия. Например, такие как системы местного кондиционирования воздуха, применение средств индивидуальной защиты (СИЗ), регламент времени работы и т.д.

К числу СИЗ от неблагоприятных климатических условий относят спецодежду, спецобувь, средства защиты рук, головные уборы.

## Повышенный уровень шума

На рабочем месте возможно возникновение шума, вследствие полировки и шлифовки образцов, тем самым может возникать дискомфорт в помещении.

Повышенный уровень шума на рабочем месте вызывает у человека головную боль, головокружение, может привести к заболеванию нервной и сердечно-сосудистой системы, к развитию тугоухости, нарушению функций желудочно-кишечного тракта и обменных процессов в организме. В условиях постоянного шума повышается утомляемость, замедляется скорость психических реакций, ухудшается память. Нарушается компенсация внимания, точность и координированность движений, ухудшается восприятие звуковых и световых сигналов опасности, что ведет к увеличению травматизма.

Нормируемыми параметрами шума служат уровни в децибелах (дБ) среднеквадратичных звуковых давлений, измеряемых на линейной характеристике шумомера (или шкале С) в октавных полосах частот со среднегеометрическими частотами 63, 125, 500, 1000, 2000, 4000 и 8000 Гц. Для ориентировочной оценки шума разрешается измерять его общий уровень по шкале А шумомера в дБА. Допустимые нормы шума в лабораторных помещениях не более 80 дБА (согласно ГОСТ 12.1.003–83).

Таблица 27 - Предельно допустимые уровни звука и эквивалентные уровни звука на рабочих местах для трудовой деятельности разных категорий тяжести и напряженности в ГОСТ 12.1.003–83.

Категория напряженности трудового процесса	Категория тяжести трудового процесса				
	легкая физическая нагрузка	средняя физическая нагрузка	тяжелый труд 1 степени	тяжелый труд 2 степени	тяжелый труд 3 степени
легкой степени	80	80	75	75	75

Если уровень шума на работе превышает 70-80 дБ необходимо использовать индивидуальные средства защиты (затычки для ушей, специальные наушники). В обеденный перерыв обязательно нужно покидать рабочее место и отправляться в более тихое место, чтобы слух немного отдохнул и адаптировался к нормальному уровню громкости. Не реже 1 раза в год (или в полгода, если уровень шума очень высокий) проверять слух у врача-оториноларинголога, следует уловить момент ухудшения и принять меры.

### **Отсутствие или недостаток естественного света, недостаточная освещенность рабочей зоны**

Искусственное освещение должно обеспечивать в помещении освещенность, позволяющую выполнять операции наладку оборудования без производственных дефектов и травматизма, возникающих по причине недостаточной освещенности. Недостаточная освещенность является вредным фактором при выполнении исследовательских работ, требующих особую точность. При работе в таких условиях сначала происходит перенапряжение глаз, которое впоследствии может вызвать ухудшение зрения. В этом случае требуется привлечение дополнительных источников света, в частности настольных ламп.

Освещение в лаборатории является комбинированным и соответствует нормативным требованиям.

Нормы освещенности рабочих поверхностей в производственных помещениях устанавливают в зависимости от характеристики зрительной работы. Лабораторию по исследованию можно отнести к III классу зрительной работы, так как работа связана с очень мелкими деталями. Наименьшая допустимая освещенность при использовании системы общего освещения определяется по СНиП II-A.8-62 для аналитической лаборатории (III – работы высокой точности) 750 лк.

Исследовательская лаборатория должна иметь большие окна, обеспечивающие достаточное освещение днем. Для вечернего освещения, помимо пото-

лочных ламп, рабочее место должно быть оборудовано дополнительным источником света. В вечернее время в лабораториях обязательно общее искусственное рабочее освещение, причем расположение светильников должно быть равномерным. Чаще всего для общего освещения используются люминесцентные светильники типа ОД, оснащенные лампами ЛБ — 40, которые расположены в два ряда. Рекомендованное расстояние между рядами ламп — 2 м.

Таблица 28 – Виды работ по степени точности

Разряды работ	Характер работ, выполняемых в помещении		Нормы к.е.о. в %	
	виды работ, по степени точности	Размер объекта <i>мм</i>	при верхнем и комбинированном освещении	при боковом освещении
1	2	3	4	5
I	Особо точные работы	0,1 и менее	10	3,5
II	Работы высокой точности	Более 0,1 до 0,3	7	2
III	Точные работы	Более 0,3 до 1	5	1,5
IV	Работы малой точности	Более 1 до 10	3	1
V	Грубые работы	Более 10	2	0,5
VI	Работы, требующие общего наблюдения за ходом производственного процесса	-	1	0,25

## Вредные вещества

Основным опасным воздействием является наличие веществ в рабочей зоне при проведении шлифовально-полировальных работ, так как в процессе шлифовки и полировки, вещество может всплываться и находиться в воздухе рабочей зоны некоторое время. Для этого необходимо ограничить наличие таких веществ в воздухе рабочей зоны и оно не должно превышать ПДК. Большинство веществ, приводят к механическому повреждению тканей дыхательных путей, слизистых глаз, носоглотки. Соответственно необходимо соблюдать гигиенические нормы по проветриванию помещения и предоставить сотрудникам СИЗ для защиты глаз и органов дыхания, а также халаты.

Таблица 29 - Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений

Вещество	ПДК, мг/м <sup>3</sup>	Состояние	Класс опасности
Керамика Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6	Порошок	4
Спирт	5	Пары	3
Алмазные пасты	2	Пасты	3

Вредные вещества могут поступать в организм человека через органы дыхания (пары, газы, пыль), кожу (жидкие, масляные, твердые вещества), желудочно-кишечный тракт (жидкие, твердые, и газы). Наиболее часто вредные вещества попадают в организм человека через органы дыхания и быстро проникают к жизненно важным центрам человека.

В процессе выполняемых работ могут выделяться керамические частицы в наноразмерном состоянии. Согласно данному документу ТС 019/2011 для защиты от механических повреждений должны обладать стойкостью от истиранию и проколам, так же халаты, выдаваемые для защиты кожных покровов от механического воздействия, должны выдерживать разрывную нагрузку не ме-

нее 400 Н. Для защиты глаз рационально использование защитных очков. Для защиты органов дыхания необходимо использовать респираторы, каждый из которых имеет свой индивидуальный номер, площадь зрения не должна снижаться при использовании более чем на 30 %. Объемная доля кислорода должна быть около 21 %. Средства индивидуальной защиты рук следует использовать на каждой стадии работы с наноматериалами. В исследовательских лабораториях проводятся работы с малым количеством наночастиц.

Каждый работник обязан использовать вышеперечисленные средства индивидуальной защиты, а так же контролировать использование их другими сотрудниками.

Обобщая данный раздел нужно написать, что производственная безопасность обеспечивается, прежде всего, техникой безопасности, которую должен соблюдать каждый работник.

В процессе шлифования исполнитель должен помнить о следующих требованиях.

- Одежда рабочего должна быть чистой и аккуратно заправленной, рабочее место должно содержаться в чистоте.
- Работать следует только исправным инструментом.
- Все инструменты с заостренными концами должны иметь ручки.
- При полировании изделия держать его острыми гранями по ходу вращения круга.
- Полируемые поверхности изделия располагать относительно поверхности круга так, чтобы изделие не подхватывалось кругом.
- Не допускать сильного нагрева изделия во избежание ожогов рук.

## 4.2. Анализ выявленных опасных факторов:

### **Пожарная безопасность**

Пожарная безопасность подразумевает обеспечение безопасности людей и сохранения материальных ценностей предприятия на всех стадиях его жизненного цикла.

Пожарная профилактика – комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на обеспечение безопасности людей, на предотвращение пожара, ограничение его распространения, а также на создание условий для успешного тушения пожара. Успех борьбы с пожаром во многом зависит от его своевременного обнаружения и быстрого принятия мер по его ограничению и ликвидации.

Помещение, в котором осуществляется процесс шлифования и исследования образцов, по взрывопожарной и пожарной опасности относится к категории Д: пониженная пожароопасность, в которых находятся негорючие вещества и материалы в холодном состоянии.

Среди организационных и технических мероприятий, осуществляемых для устранения возможности пожара, выделяют следующие меры:

- использование только исправного оборудования;
- проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности;
- назначение ответственного за пожарную безопасность помещения;
- отключение электрооборудования, освещения и электропитания по окончании работ;
- курение в строго отведенном месте;
- содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии.

В помещении необходимо иметь 2 огнетушителя марки ОП-3, ОУ-3, исходя из размеров помещения, а также силовой щит, который позволяет мгновенно обесточить помещение. Огнетушители должны всегда содержаться в ис-

правном состоянии, периодически осматриваться, проверяться и своевременно перезаряжаться. Желательно помещать на стенах инструкции по пожарной безопасности и план эвакуации в случае пожара. В случаях, когда не удастся ликвидировать пожар самостоятельно, необходимо вызвать пожарную охрану и покинуть помещение, руководствуясь разработанным и вывешенным планом эвакуации.

### **Электрический ток**

Следует учитывать, что все оборудование в лаборатории является электрическим, поэтому необходимо обращаться к ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность должна обеспечиваться:

- конструкцией электроустановок;
- техническими способами и средствами защиты;
- организационными и техническими мероприятиями.

Электроустановки и их части должны быть выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и электромагнитных полей, и соответствовать требованиям электробезопасности. При возникновении пожаров каждый работник должен позвонить в службу спасения, дать сигнал тревоги.

К электрозащитным средствам относятся:

- изолирующие штанги всех видов;
- изолирующие клещи;
- указатели напряжения;
- сигнализаторы наличия напряжения индивидуальные и стационарные;
- диэлектрические ковры и изолирующие подставки;
- защитные ограждения (щиты и ширмы);
- ручной изолирующий инструмент;
- плакаты и знаки безопасности;

Перед началом работ каждый работник должен пройти инструктаж и пройти необходимое тестирование для повышения ответственности каждого

работника. Для обеспечения защиты от поражения термическим действием электрической дуги при работах в закрытых и открытых электроустановках (оборудование электрических сетей, станций и подстанций, контактная сеть железных дорог) со снятием и без снятия напряжения дополнительно следует применять специальные защитные термостойкие комплекты, включающие одежду, обувь, средства защиты головы и рук.

### **4.3. Охрана окружающей среды**

В настоящее время стремятся предусмотреть комплекс мер по защите и охране регионов при проведении экспериментов и работ с материалами находящимися в наноразмерном диапазоне. При производимых манипуляциях с образцами, подвергнутыми шлифовально-полировальным работам, так как это является источником загрязнения, необходимо предпринять меры по минимизации или полному исключению загрязнения окружающей среды. Материалы могут всплывать, и оставаться в воздухе, вследствие этого они могут перемещаться воздушными потоками за пределы лаборатории, осаждаюсь загрязнять литосферу, проникать в подземные и наземные воды, выноситься из лаборатории пассивно человеком на одежде и коже. В случае нарушения процессов утилизации керамических порошков возможно попадания в водосточные трубы и систему водоснабжения, при этом будет происходить загрязнение литосферы, гидросферы.

Доля материала, проникающая в окружающую среду, не превышает допустимых норм, поэтому нет необходимости в создании санитарной зоны. Проникновение в гидросферу обусловлено обслуживанием установки, ее мойки, и так же мойки рук. Для утилизации мелких фракций порошков лаборатория должна иметь специализированные отстойники, в которых порошок будет происходить коагуляцию и седиментацию.

Экологическая задача лаборатории заключается в рациональном использовании сырья и электроэнергии, надежном хранении различных химикатов,

замене вредных для окружающей среды технологических процессов на более экологичные [32].

#### **4.4. Защита в чрезвычайных ситуациях**

В процессе исследования в лаборатории возможны ЧС, так как используется потенциально опасное оборудование и инструменты. Не исключена возможность возникновения пожара. Лаборатория связана с обработкой негорючих веществ, в частности керамики, и материалов в холодном состоянии. Основной причиной взрывов и пожаров во время научной работы является нарушение правил эксплуатации и техники безопасности при работе с электрическим оборудованием, подключенным к сети. Следовательно, при работе с оборудованием необходимо придерживаться техники безопасности основанной на Тои Р-45-068-97: Электроинструменты и электрические машины должны быть безопасными в работе, не иметь доступных для случайного прикосновения токоведущих частей, не иметь повреждений корпусов и изоляции питающих проводов.

Так как в лаборатории присутствуют химически опасные вещества в разгар аварии действуют несколько поражающих факторов, действующих с высокой скоростью — горение, взрывы, токсическое заражение местности и воздуха. Химическое поражение людей чаще всего происходит через органы дыхания, реже — через кожные покровы и слизистые оболочки. Поэтому важную роль в предупреждении массового ущерба здоровью населения играют защитные мероприятия по профилактике возгораний и ограничение источника поступления ядовитых веществ в окружающую среду.

Необходимо использовать средства индивидуальной защиты органов дыхания - наиболее эффективный способ защиты населения в реальных условиях заражения окружающей среды сильнодействующими ядовитыми веществами. Этот способ широко применяют на химических производствах для защиты промышленно-производственного персонала. Противогазы для обеспечения населения (гражданские противогазы) в настоящее время хранят на складах органов местной

власти, в основном в загородной зоне; для обеспечения рабочих и служащих - непосредственно на химически опасных объектах. При спасении пострадавших на химическом предприятии учитывается характер, тяжесть поражения, местонахождение пострадавшего. В случае аварий на химически опасных объектах задачей первоочередной важности является незамедлительное и эффективное проведение экстренных мер по защите рабочих и служащих предприятий и населения, проживающего в зоне возможного распространения зараженного воздуха.

#### **4.5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:**

##### **Производственная безопасность.**

Обеспечение безопасных условий труда осуществляется путем целенаправленного проведения научно обоснованной системы оздоровительных мероприятий во всех, без исключения, цепочках производственного цикла. В него входят ведение технологических процессов, эксплуатация оборудования, организация рабочего места, бытовое обслуживание, содержание производственных и бытовых помещений, эксплуатация приточно-вытяжных устройств (вентиляции), организация лечебно-профилактической работы, наличие и качество средств индивидуальной защиты и личной гигиены [33].

В систему таких мероприятий должны входить:

- постоянное совершенствование технологических процессов и оборудования с целью устранить и предотвратить возможность появления производственных вредностей;
- неукоснительное соблюдение технологических режимов, строгий контроль за их исполнением;
- безусловное соблюдение режимов труда и отдыха, правильная организация рабочего места;
- постоянный контроль за состоянием воздушной среды производственных помещений;

- регулярные медицинские осмотры.

Требования к производственным помещениям являются нормативным документом при проектировании производственных площадей. Санитарные нормы определяют объемно-планировочные решения (объем производственной площади на одного работающего), определяют требования к освещенности, отоплению, вентиляции, кондиционированию воздуха, водоснабжению и канализации, регламентируют допустимые параметры шума, вибрации, ультразвука, температуру, влажность, скорость движения воздуха в рабочей зоне помещения, предельно допустимую концентрацию вредных веществ [34,35].

### **Организация рабочего места оператора ПЭВМ**

**Рабочее место** — это зона нахождения работника и средств его труда, которая определяется на основе технических и эргономических нормативов и оснащается техническими и прочими средствами, необходимыми для исполнения работником поставленной перед ним конкретной задачи [36]. Рабочее место должно удовлетворять следующим требованиям:

- обеспечивать возможность удобного выполнения работ;
- учитывать физическую тяжесть работ;
- учитывать размеры рабочей зоны и необходимость передвижения в ней работающего;
- учитывать технологические особенности процесса выполнения работ.

Невыполнение этих требований может привести к получению работником производственной травмы или развития у него профессионального заболевания. Рабочее место при выполнении работ в положении сидя должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032 [37].

Поскольку большинство работ по исследованию материала, таких как измерение твердости, получение изображений по средствам оптического микроскопа, обработка данных производятся в сидячем положении, с использованием ПК [38].

В связи с этим, требуется рассмотрение санитарных норм работы с ПЭВМ и организации соответствующего рабочего места.

Для взрослых пользователей для организации рабочего места с ПЭВМ предъявляются следующие требования по СанПиН 2.2.2/2.4.1340:

- Высота рабочей поверхности стола 680 - 800 мм;
- Рабочее место пользователя ПЭВМ следует оборудовать подставкой для ног;
- Клавиатуру следует располагать на поверхности стола на расстоянии 100 - 300 мм от края, обращенного к пользователю, или на специальной, регулируемой по высоте рабочей поверхности, отделенной от основной столешницы.

## Заключение

Установлено, что при горячем прессовании керамических композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrB}_2\text{--ZrO}_2$  происходит окисление диборида циркония с последующим испарением через газовую фазу до 10% от исходного содержания.

Показано, что добавка карбида кремния блокирует процесс окисления диборида циркония, в результате чего, методом горячего прессования в среде азота, при температуре спекания  $1800^\circ\text{C}$  и выдержке 5 минут, удалось получить композиты системы  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrB}_2(\text{SiC})$  с ультрамелкозернистой структурой и минимальной пористостью.

Рентгенофазовый анализ показал, что в результате горячего прессования композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrB}_2(\text{SiC})$ , их исходный фазовый состав сохраняется. Растровая электронная микроскопия свидетельствует о равномерном распределении компонентов в матрице из оксида алюминия.

Показано, что твердость и вязкость линейно возрастают с увеличением температуры горячего прессования. Оптимальное сочетание механических свойств показал состав  $80\text{Al}_2\text{O}_3\text{--}20\text{ZrB}_2(\text{SiC})$  его твердость и вязкость разрушения составили 19.1 ГПа и  $5,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно.

Анализ механизмов упрочнения показал, что происходит значительное ветвление трещины по границам зерен  $\text{ZrB}_2(\text{SiC})$  и как следствие уменьшение ее энергии, что приводит к торможению трещины и повышению вязкости разрушения композита в целом.

### **Список публикаций:**

1. Грикова А. А. Композиционные материалы нового поколения на основе оксида алюминия с добавками диборида и оксида циркония / А. А. Грикова ; науч. рук. М. В. Григорьев // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2016) : сборник научных трудов V Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 5–7 декабря 2016 г. — Томск : STT, 2016. — [С. 66-67].

### Список литературы:

1. Dibyendu Chakravarty, G. Sundararajan Microstructure, mechanical properties and machining performance of spark plasma sintered  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiCN}$  nanocomposites // Journal of the European Ceramic Society 33 (2013) 2597–2607.
2. Dong Q, Tang Q, Li W.  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC-ZrO}_2$  nanocomposite fabricated by combustion synthesis followed by hot pressing. Mater Sci Eng 2008;A475:68–75.
3. Балкевич В.Л. Б 20 Техническая керамика: Учебное пособие для вузов – 2-е изд.: Стройиздат 1984. 256 с
4. Прочная и особо прочная керамика на основе оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония / Е.С. Лукин [и др.]. Стекло и керамика, 2003. № 9.
5. Матренин С.В., Слосман А.И. М 34 Техническая керамика: Учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2004. 75 с
6. Свойства, получение и применение тугоплавких соединений / под ред. Косолаповой Т.Я. – М.: Металлургия, 1986. 928 с
7. Химическая технология керамики: Учебное пособие для вузов / под ред. Проф. И.Я.Гузмана – М.:ООО РИФ «Стройматериалы», 2003. – 496с.
8. Virial: [сайт]. URL: <http://www.virial.ru/materials/91/>
9. Современные композиционные материалы: Пер. с англ. / Под ред. Л. Браутмана, Р. Крока. М.: Мир, 1970. 672 с.
- 10.Е. Г. Григорьев, Б. А. Калинин Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков: Учебное пособие. М.: МИФИ, 2008. - 152 с.
- 11.М.С. Болдин, Н.В. Сахаров Композиционные керамики на основе оксида алюминия, полученные методом электроимпульсного плазменного спекания для трибологических применений // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского, 2012, № 6, с. 32–37
- 12.О.Ю. Задорожная, Е.Г. Аввакумов, Т.А. Хабас. Керамика на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и наноразмерного  $\beta$ -стабилизированного  $\text{ZrO}_2$ , полученного методом обменных реакций // Огнеупоры и техническая керамика № 11-12 2013

13. Композиционные материалы-материалы будущего Член-корреспондент АН СССР А. Т. Туманов
14. Sato T, Shiratori A, Shimada M. Sintering and fracture behavior of composites based on alumina–zirconia(yttria)–nonoxides. *J de Physique* 1986;47:733–7.]
15. Dong Q, Tang Q, Li W. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–TiC–ZrO<sub>2</sub> nanocomposite fabricated by combustion synthesis followed by hot pressing. *Mater Sci Eng* 2008;A475:68
16. Dibyendu Chakravarty, G. Sundararajan Microstructure, mechanical properties and machining performance of spark plasma sintered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub>–TiCN nanocomposites // *Journal of the European Ceramic Society* 33 (2013) 2597–2607.
17. Григорьев М.В, Котельников Н.Л, Буякова С.П. Структура и свойства композитов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> – TiC для экстремальных условий применения // Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций: международная конференция, 2015 г
18. Guangping X , Jiangrong H, Yihua S, Sai W, Wei F. Hot mechanical properties of hot pressed sintering Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub>-SiC composite ceramics// *Naihuo Cailiao/Refractories* 3, 2013 184-186
19. Bin Li, Jianxin Deng, Yousheng Li. Oxidation behavior and mechanical properties degradation of hot-pressed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrB<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub> ceramic composites // *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 27 (2009) 747–753.
20. S.K. Mishra, S.K. Das, V. Sherbacov. Fabrication of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrB<sub>2</sub> in situ composite by SHS dynamic compaction: A novel approach // *Composites*
21. B. Jamal Abbasi, M. Zakeri, S.A. Tayebifard. Mechanochemical synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrB<sub>2</sub>–ZrO<sub>2</sub> nanocomposite powder // *Materials Research Bulletin* 49 (2014) 672–676.
22. B. Jamal Abbasin, M. Zakeri, S.A. Tayebifard. High frequency induction heated sintering of nanostructured Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrB<sub>2</sub> composite produced by MASHS technique// *Ceramics International* 40 (2014) 9217–9224
23. Zhi Wang,\*, Peng Zhou. Effect of surface oxidation on thermal shock resistance of ZrB<sub>2</sub>–SiC–ZrC ceramic at temperature difference from 800 to 1900 °C // *Corros. Sci.* (2015)

24. S.K. Mishra, A. Bhople, S. Paswan. Microstructure, hardness, toughness and oxidation resistance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrB<sub>2</sub> composite with different Ti percentages prepared by in-situ SHS dynamic compaction // Journal of Refractory Metals and Hard Materials 43 (2014) 7–12
25. Е.Н. Прямилова, Ю.Б. Лямин, В.З. Пойлов. Технология получения и микроструктура керамики на основе борида циркония // Master`s journal №1 2015
26. Wang X, La P, Wang B, Yang G. Toughening effect of ZrB<sub>2</sub> in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub> nanocomposite ceramics // Rare Metal Materials and Engineering № 1 July 2016, Pages 1714-1718
27. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография М.: Металлургия, 1976. 270 с.
28. Н.А. Гаврикова, Л.Р. Тухватулина, И.Г. Видяев «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»: Издательство Томского политехнического университета 2014
29. Кузьмина Е.А, Кузьмин А.М. Методы поиска новых идей и решений «Методы менеджмента качества» №1 2003 г.
30. Кузьмина Е.А, Кузьмин А.М. Функционально-стоимостный анализ. Экскурсы в историю. «Методы менеджмента качества» №7 2002 г.
31. Основы функционально-стоимостного анализа: Учебное пособие / Под ред. М.Г. Карпунина и Б.И. Майданчика. - М.: Энергия, 1980. - 175 с.
32. Дашковский А.Г., Романцов И.Г. Безопасность жизнедеятельности. Защита населения в чрезвычайных ситуациях. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008 – 19 с.
33. ГОСТ 12.3.002-75. Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности
34. ГОСТ 12.1.004—91. Пожарная безопасность. Общие требования
35. ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
36. ГОСТ 12.2.032-78 «Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя.

37. Охрана труда/[Электронный ресурс] Режим доступа  
<http://www.topone.ru/articles/>
38. Работа за компьютером/[Электронный ресурс] Режим доступа  
<http://www.jurgid.ru/stati/trudovoe-pravo/>

## Приложение II Раздела ВКР, выполненный на иностранном языке

### Разделы

#### Введение.

#### Методы получения композиционных материалов.

Композиционные материалы на основе оксида алюминия, структура, свойства, применение.

#### Материалы и методика эксперимента.

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5В	Грикова Анастасия Андреевна		

Консультант кафедры ММС (аббревиатура кафедры)

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Бурков Михаил Владимирович	к.т.н.		

Консультант – лингвист кафедры ИЯФТ (аббревиатура кафедры)

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Квашнина Ольга Сергеевна			

## **Introduction**

To date, the need for the development of materials with improved mechanical properties and chemical inertness, as well as materials capable of operating at high cutting speeds, is very urgent. Ceramic composites are one of the promising materials for cutting tools due to their excellent physical properties, thermal stability, high hardness and good corrosion resistance.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> ceramic composites have been known for a long time and are widely used in various industries. However, these composites no longer satisfy modern engineering requirements. There are studies that show improvement in the properties of ceramic composites based on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> due to the addition of more refractory and high modulus compounds such as WC, TiC, TiB<sub>2</sub>, ZrB<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, and SiC fibers [1, 2]. Of greatest interest is ZrB<sub>2</sub>, which is a member of the family of materials known as ultra-high-temperature ceramics. In addition to its high melting point, ZrB<sub>2</sub> has a unique combination of high hardness, chemical stability, high electrical conductivity and thermal conductivity, and is resistant to erosion/corrosion. In this connection, interest is represented by the results that allow us to create a three-component composite Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-ZrB<sub>2</sub> and to reveal the physical mechanisms that ensure strength and fracture toughness of ceramic materials.

Actual direction of investigation in the field of composite materials development is production of ceramic composite materials of a new class possessing high hardness, chemical inertness, capability to withstand long-term impact of aggressive media, high pressure, increased resistance to brittle fracture and crack resistance at operating temperatures over 1600 degrees.

The objective of this research is to obtain a three-component composite based on aluminum oxide and additions of zirconia and zirconium diboride, and to investigate its structure and physical mechanical properties.

### 2.3. Methods for composite materials production

The main thing in the production of composite materials is the technology by which the material or product is obtained. As a rule, the material is not of particular interest, so it is necessary to choose the method by which a sample or article will be obtained. Depending on the nature of the materials, there are several production methods.

Molding products can be produced in several ways:

- casting from aqueous suspensions,
- injection molding,
- uniaxial static pressing,
- hydrostatic pressing,
- hot pressing,
- explosive pressing,
- reaction sintering.

In the technology of slip casting, it is necessary to initially prepare a slip with certain casting properties that are determined by its pH. Slips are liquefied both in acidic and alkaline medium, and there are certain intervals of pH value that correspond to best dilution. Before casting, the prepared slip is evacuated at a residual pressure of 15-20 mm Hg. Products are cast in plaster molds both in drains and in bulk. The shrinkage of cast products in the mold as they dry out is 1-1.5%. The molded articles are dried at room temperature. Casting is used to form thin-walled products of complex shape that do not experience significant mechanical effects during operation.

The most durable products from  $\text{Al}_2\text{O}_3$  can be obtained by hot pressing (GP) in graphite molds with a coating of BN and hot isostatic pressing (GIP) in gas-static plates. In this process, the powder is simultaneously compacted into the product and sintered. Pressing pressure can vary from 20 to 40 MPa, sintering temperature 1200-2200°C. The GP and GIP methods produce products designed for high-temperature and aggressive environments, and these methods can be classified as energy-intensive and complex. Sintering of corundum ceramics is in most cases solid-state. The sinter-

ing temperature depends on certain conditions, namely, the dispersiveness and activity of the initial powders, the sintering conditions, the type and the number of additives. It is well known that the flexural strength and wear resistance of alumina ceramics increases with decreasing grain size. Therefore, the dispersiveness of corundum powders has a decisive influence not only on the sintering temperature, but also on the general possibility of sintering corundum. The maximum particle size of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder should not exceed  $3\text{-}5\mu\text{m}$  [7].

Explosive pressing is carried out with the help of the pressure of gases created as a result of the explosion of gunpowder. The destruction and deformation of particles and their approach is due to high pressure. It is used for the production of plates, pipes, cylindrical and other blanks from various materials. The advantage of this method is that it is a short-term process that provides effective compaction of poorly caking materials.

Reaction sintering is the process of reducing the porosity of the billet by filling the pores with condensed products of chemical reactions that take place with the participation of components coming from the outside predominantly in the gaseous state. In this case, the obligatory condition is an increase in the molar volume of neoplasms in comparison with the molar volume of the reacting initial condensed phases of the billet, i.e. the positive volume effect of the reaction [8].

There is also a new technology for high-speed powder compaction known as Spark Plasma Sintering (SPS). Spark plasma sintering (SPS) is essentially a combination of uniaxial pressing with an intense electric discharge with a current strength of  $2\text{-}20\text{ kA}$  for several min under uniaxial loading. The energy of the spark evaporates contaminants and oxides on the surface of the particles before the formation of the bridge. Heat concentrates on the surface of the particles, causing plastic deformation, which contributes to achieving high density. Spark plasma sintering is carried out under a pressure of up to 300 tons in vacuum with the possibility of using an inert gas. Temperature control is carried out using a thermocouple or pyrometer. All SPS Thermal Technology systems allow you to program pressure, power settings and data acquisition [9].

The main problem in the production of ceramics with high strength properties is the technology for obtaining homogeneous and fine-grained structure, namely, the relatively slow heating, and therefore the continuous sintering of the samples. It is known that high temperatures accelerate the diffusion processes, and this leads to grain growth and thereby breaks the homogeneity of the structure and worsens properties. Therefore, it is necessary to choose the proper method for obtaining the composite, which means that the method should be associated with the possibility of rapid heating of the powder, at which the grain growth will be limited by the sintering cycle time at high temperatures. This approach can be realized in the case of hot isostatic pressing. So this method reduces the time of exposure to high temperatures on the material, thus contributing to the consolidation process. [10]

#### **1.4. Composite materials based on aluminum oxide; their structure, properties, and application.**

To date, there are a number of individual works on the development of ceramic composites based on  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-ZrB}_2$ , and they indicate great prospects for this system. For example, at present yttrium-stabilized zirconia is well studied. Due to the tetragonal-monoclinic polymorphic transformation it has such unique properties as bending strength up to 1000 MPa and a fracture toughness of more than  $10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , but it has insufficient hardness up to 12 GPa, and its specific gravity of  $6.1 \text{ g/cm}^3$  does not make it possible to obtain lightweight bulk structures based on it. On the other hand, there is aluminum oxide that has a low specific gravity of  $3.99 \text{ g/cm}^3$  and a high hardness of 21 GPa, but does not have a sufficient fracture toughness of  $3.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .  $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  composite materials make it possible to obtain a material having maximum mechanical characteristics of pure components, but lacking their disadvantages [14]. There are a number of studies showing the improvement in the properties of ceramic composites based on alumina oxide and zirconium dioxide with an addition of WC, TiC,  $\text{TiB}_2$ ,  $\text{ZrB}_2$ , Ti (C, N),  $\text{ZrO}_2$ , and SiC fibers [15, 16].

For example, the authors [17] obtained  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiC}$  ceramic composites by hot pressing at a temperature of  $1500^\circ\text{C}$ . It was indicated that  $70\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}10\text{ZrO}_2\text{-}20\text{TiC}$  sample showed the best mechanical properties and a hardness and fracture toughness of 21.3 GPa and  $5.12 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , respectively. The modulus of elasticity was 503 GPa. The authors have also used the method of hot pressing, which blocks the growth of grains and which will be used in future.

Of all the refractory high-modulus compounds, zirconium diboride can be singled out separately, since this material belongs to the class of ultra-high-temperature ceramics and has unique properties including high hardness, melting point of about 3000 degrees; chemical stability in oxidizing environment; high electrical and thermal conductivity; corrosion resistance. To date, there are a number of individual studies on the development of ceramic composites based on  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-ZrB}_2$ , and they indicate great prospects for this system.

When studying literature on this subject, one can find many foreign papers that focus on the problem of ceramics hardening using high-temperature ceramics.

Thus, in the study [18] Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub>-SiC composite ceramics was obtained by hot pressing at the University of China. It is shown that, when sintered at 1800°C, composites with 24% ZrB<sub>2</sub> have the highest strength, which is 35% higher than that of pure Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics. The authors [19] have shown in principle that such composites can be obtained by hot pressing, from submicron powders, the maximum mechanical properties are achieved with a component ratio of 80Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20 (92ZrB<sub>2</sub>-8ZrO<sub>2</sub>). The hardness and fracture toughness are 23 GPa and 6.5 MPa·m<sup>1/2</sup>, respectively, while in composites there is a porosity of the order of 5-7%, which does not allow obtaining materials with a maximum fracture toughness. There are a number of works of Indian scientists in collaboration with the Russian scientists from Chernogolovka who obtained Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub>-TiB<sub>2</sub> composites by the SHS method (self-propagating high-temperature synthesis) [20]. In this case they obtained composites with hardness and fracture toughness of 35 GPa and 40MPa·m<sup>1/2</sup>, respectively. The structure of the composites was represented by coarse grains from 0.5 to 10 μm, which was due to the production method, namely, the high sintering temperature. This method is not always available, which limits its application.

In the case of [21], Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub> composites were obtained by mechanochemical synthesis from a mixture of ZrO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al powders. The influence of the grinding time on the particle size ratio of the powder was investigated. The composite material was formed during 20-25 hours with a minimum admixture of Fe (0.33%). The Rietveld analysis showed that a nanostructured powder with an average size of less than 25 nm was obtained in all samples. Thus, large-dispersed powders for forming and sintering were obtained in the work by the methods of grinding, mechanization and introduction of modifying additives that facilitated the production from industrial powders of both dense and porous ceramic materials with a homogeneous structure and high strength characteristics. In the case [22], the samples of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub> composite were obtained by mechanically activated self-propagating high-temperature synthesis (MASVS). The resulting samples had a hardness and a fracture

toughness of 19.5 GPa and  $4.170.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Their hardness and fracture toughness were higher than those of a microstructured composite.

It is known from the literature [23] that in order to increase the resistance to oxidation of ZrB<sub>2</sub> and increase the thermal stability, SiC is added thereto. The effect of oxidation behavior on the thermal stability of ZrB<sub>2</sub>-ZrC-SiC ceramic has been investigated in two types of heat conditions (air and vacuum) after quenching in water at a temperature difference of 200 to 1900 ° C. Improved heat resistance was associated with the formation of oxide layers. The results of the work show that short-term oxidation is favorable for improving the heat resistance of ceramics based on ZrB<sub>2</sub>.

The same work was also found [24], where in composition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrB<sub>2</sub>, Ti was added in a different ratio using the self-propagating high-temperature synthesis or SHS. It was found out that with an addition of Ti, hardness decreased, and the maximum hardness value of 21.50 GPa was reached at 5% Ti. In that case, a sample with a 20% content of Ti had a very high fracture toughness of  $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Scientists of the Ural Scientific Research Institute obtained samples of ultrahigh-temperature ceramics (UVTK) based on the ZrB<sub>2</sub>-SiC composition with an addition of nanosized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders by the method of spark plasma sintering. The density was close to 100% at a temperature of 1630-1700 ° C, with a 3 min exposure by the method of spark plasma sintering. At the same time, the paper [25] does not say about the obtained physical mechanical properties of the samples. At the University of China, 80Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -20ZrB<sub>2</sub> nanocomposite ceramics with a maximum Vickers hardness of 18.97 GPa were obtained at a sintering temperature of 1500 ° C, the fracture toughness of the composite was  $5.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . But at such a low temperature, the samples were poorly condensed [26].

Thus, due to the peculiarities of each sintering method and the morphological structure of powders, the structure of samples with enhanced mechanical properties can be formed. From the above literary review, it can be said that to date, there is no exhaustive information on the formation of a structure when producing multicomponent composites based on high-melting refractory compounds and there is no data on

its effect on the physical mechanical properties of composites and on the mechanisms of their hardening.

Taking all this into account, it is of interest to study methods for forming a multiscale hierarchical structure and strengthening mechanisms in composite materials based on high-melting refractory compounds.

### 3.1. Materials and experimental procedure

In this study we used UDP powders of aluminum oxide with an average particle size of 4.7  $\mu\text{m}$  and zirconium diboride powder with an average particle size of 2.5  $\mu\text{m}$ , and a granulated zirconia nanopowder with a pellet size of 50  $\mu\text{m}$  and a particle size of 30 nm.

The homogeneous powder composition was achieved in the following way: aqueous suspensions of the individual components were formed, mixed with each other by means of a magnetic stirrer, followed by treatment of the suspension with ultrasound. The precipitation of the resulting composition was carried out by flocculating the particles from the solution by raising the PH level, followed by vacuum drying. As a result, composite mixtures of alumina oxide with an addition of zirconium diboride up to 30%, as well as three component mixtures into which 10% of zirconia were added.

Ceramic composites were obtained by hot pressing with preliminary isostatic pressing of the powder mixture on a hydraulic press. All regimes are presented in Table 1. Combinations of formulations are presented in Table 2.

Table 1 - Modes of hot pressing

№	Temperature, °C	Heating, min	Exposure, min	Cooling, min	Atmosphere	Pressure, MPa
1	1400	5	10	10	Ar	35

Table 2 – Compositions

designation	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrB <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>
A10B	90	10	-

The first series of the samples was obtained on compositions of alumina oxide and zirconium diboride mixtures; hot pressing (GP) was carried out in argon and nitrogen medium, the pressing pressure was always constant, the sintering temperature, the heating rate and the holding time varied.

The second series of the samples contained aluminum oxide and zirconium diboride in which vol.30% of silicon carbide was added, and the experiment was repeated. Before examination of the surface, all samples were ground and polished on diamond pastes of different fractions.

X-ray diffraction analysis of powders and ceramics based on them was carried out using DRON 3 diffractometer with filtered CuK $\alpha$  radiation. Data on the parameters of the crystal structure and the phase composition of the composites were obtained by X-ray diffraction. The separation of overlapping X-ray peaks was carried out using a computer program based on the minimum deviation of the total approximating profile from the experimental one. Phase identification was performed by comparing the X-ray peak with the ASTM file.

The structure of the samples after HP was studied by optical and scanning electron microscopy. The grain size of ZrB<sub>2</sub> and the pores in the composites were measured on a sample section by means of the scanning electron microscope. Several micrographs and, at least, 400 measurements of structural elements were obtained for each sample. The resulting two-dimensional distribution of structural elements by size was transformed into a three-dimensional distribution using the basic stereometric Saltykov equation [27].

The density of the samples was determined by the hydrostatic method.

The hardness was determined by the Vickers method, designed to measure hardness of very small volumes of material. The hardness method is standardized by GOST 9450 - 76. As an indenter, a tetrahedral diamond pyramid with an angle at the

apex of 136 degrees was used. The pyramid was smoothly pressed into the sample at a load of 5 to 5000 g. The hardness of HV (MPa) was determined by the formula (1), the applied load was 2 kg; indentation was carried out at least 10 times:

$$H_v = 1,854 \cdot F/d^2 \quad (1)$$

where: F - load, d - diagonal of the print.

Vickers hardness was determined on polished samples.

The fracture toughness was determined by the formula (2).

$$K_{1c} = 0,035 \cdot (H \cdot a^{1/2}) \cdot (E\varphi/H)^{0,4} \cdot (l/a)^{-0,5} \quad (2)$$

where: H is hardness, E - modulus, a - half of the diagonal of the print, l - crack length from the angle of the print, and  $\varphi$  - a constant.

The morphological structure of the powders was examined using a scanning electron microscope.