

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

Инженерная школа новых производственных технологий

Направление подготовки: *Материаловедение и технологии материалов*

Отделение материаловедения

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе многокомпонентных керамических систем

УДК 666.3-12-18-047.37

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ6А	Ван Дакунь		

Руководитель

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

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Петухов О.Н.	К.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

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

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.04.01 Материаловедение и технологии материалов	Овечкин Б.Б.	К.т.н.		

Томск – 2018 г.

Планируемые результаты обучения по ООП 22.04.01

Код результата	Результат обучения
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	Работать с патентным законодательством и авторским правом при подготовке документов к патентованию и оформлению ноу-хау
P3	Выполнять маркетинговые исследования и анализировать технологический процесс как объекта управления, разрабатывать технико-экономическое обоснование инновационных решений в профессиональной деятельности
P4	Руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
P5	Внедрять в производство технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов, быть готовым к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов, позволяющих получать и диагностировать материалы и изделия различного назначения.
P6	Разрабатывать новые и модернизировать существующие технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов
P7	Внедрять системы управления качеством продукции в области материаловедения, эксплуатировать оборудование, позволяющее диагностировать материалы и изделия из них, в том числе наноматериалы
P8	Действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения, выбирать наиболее рациональные способы защиты и порядка в действиях малого коллектива в чрезвычайных ситуациях
P9	Общаться в устной и письменной формах на государственном языке РФ и иностранном языке для решения задач профессиональной деятельности, подготавливать и представлять презентации планов и результатов собственной и командной деятельности, формировать и отстаивать собственные суждения и научные позиции
P10	Самостоятельно осваивать новые методы исследования, изменять научный, научно-педагогический и производственный профиль своей профессиональной деятельности
P11	Применять принципы рационального использования природных ресурсов, основные положения и методы социальные, гуманитарные и экономические подходы при решении профессиональных задач с учетом последствий для общества, экономики и экологии.
P12	Использовать основные категории и понятия общего и производственного менеджмента в профессиональной деятельности

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

Инженерная школа новых производственных технологий

Отделение материаловедения

Направление подготовки: *Материаловедение и технологии материалов*

УТВЕРЖДАЮ: Овечкин Б.Б.
 Руководитель ООП

 (Подпись) (Дата)

**ЗАДАНИЕ
 на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

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

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ6А	Ван Дакунь

Тема работы:

Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе многокомпонентных керамических систем	
Утверждена приказом директора ИШ НПТ	Приказ № 1490/Ш от 05.03.2018

Срок сдачи студентом выполненной работы:	10.06.2018
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p><i>Объектом исследования является керамика на основе Al_2O_3 и AlON. Исследуются методы активирования спекания (механическая активация порошков в планетарной мельнице, добавление в шихту субмикронных порошков MgO и TiO_2, порошка SiO_2 с размером частиц <40 мкм), структура и физико-механические свойства рассмотрены вопросы социальной ответственности, проведен экономический анализ производства изделий из исследованной керамики.</i></p>
<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования,</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> – Аналитический обзор по теме исследования. – Изучение структуры, свойств и применение керамики на основе Al_2O_3 и AlON. – Изучение процессов порошковой технологии.

<i>конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	<ul style="list-style-type: none"> – <i>Активирование процессов спекания керамики на основе оксида алюминия.</i> – <i>Заключение по работе.</i>
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	<ul style="list-style-type: none"> – <i>Титульный лист</i> – <i>Актуальность, цель работы</i> – <i>Материалы и методы исследования</i> – <i>Результаты исследований</i> – <i>Заключение</i>

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
<i>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</i>	<i>Петухов О.Н., доцент НИ ТПУ</i>
<i>Социальная ответственность</i>	<i>Раденков Т. А., ассистент НИ ТПУ</i>
<i>Раздел ВКР на иностранном языке</i>	<i>Ажель Ю. П., Старший преподаватель НИ ТПУ</i>

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

1. Литературный обзор (русский язык)
2. Экспериментальная часть (русский язык)
3. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение (русский язык)
4. Социальная ответственность (русский язык)
5. Приложение А (английский язык)

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	23.09.2017
---	------------

Задание выдал руководитель:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ6А	Ван Дакунь		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа изложена на 134 с., содержит 44 рис., 38 табл., 46 источников.

Ключевые слова: нанопорошок, активированное спекание, горячее прессование, плотность спечённых образцов, наноиндентирование.

Объектом исследования является керамика на основе оксида алюминия.

Цель работы – Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе многокомпонентных керамических систем.

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

В результате исследования:

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

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики:

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

Степень внедрения:

Результаты будут использованы для разработки жаропрочных керамических материалов.

Область применения:

Авиакосмическая промышленность, химическая промышленность, машиностроение, радиоэлектроника.

Экономическая эффективность/значимость работы:

Данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным. В целом, данный проект является перспективным с точки зрения ресурсопотребления, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования местных недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых физико-механических характеристик.

ESSAY

Graduation qualification work is set out for 100 sec., Contains 17 figures, 27 tables, 31 sources.

Key words: nanopowder, activated sintering, hot pressing, density of sintered samples, nanoindentation.

The object of the study is ceramics based on aluminum oxide.

The purpose of this work is to study the structure and physical and mechanical properties of ceramics based on multi-component ceramic systems.

In the process of research, the technological properties of powders were studied, mechanical activation, plasticization, molding and sintering of powders, nanoindentation of sintered samples, and the study of microstructure.

As a result of the research:

The density of compacts, the density of the sintered samples, the modulus of elasticity, microhardness and strength on the nanoindenter, and the crack resistance were determined.

The main design, technological and technical and operational characteristics:

The results obtained during the research can be used in the development of technological recommendations for the production of products of oxide ceramics of structural and functional purpose.

Degree of implementation:

The results will be used to develop heat-resistant ceramic materials.

Application area:

The aerospace industry, the chemical industry, engineering, radio electronics.

Economic efficiency / significance of work:

This project is only a scientific development and the beginning of the study, it is impossible to calculate the integral financial indicator of the development. In general, this project is promising from the point of view of

resource consumption, since unlike analogues, the project provides for lower costs for the cost of future products through the use of local inexpensive raw materials and the possible achievement of the required physico-mechanical characteristics.

Обозначения и сокращения

НП – нанопорошок

УДП – ультрадисперсный порошок

ЭВП – электрический взрыв проводника

ПХС – плазмохимический синтез

ГК-5 – порошок технического глинозема

ЧДА – чисто для анализа

ГП – горячее прессование

ХИП – холодное изостатическое прессование

Оглавление

Введение	11
1 Обзор литературы	13
1.1 Свойства и структура керамики на основе оксида алюминия	13
1.2 Структура и свойство керамики на основе оксинитрида алюминия	18
1.3 Получение и применение ALON	19
1.3.1 Получение ALON	19
1.3.2 Применение ALON	20
1.4 Современные технологии оксидных керамик	23
1.4.1 Получение исходных порошков	23
1.4.2 Способы формования оксидных порошков	26
1.5 Спекание	30
1.5.1 Спекание оксидных керамик	32
1.5.2 Горячее прессование	35
1.5.3 Искровое плазменное спекание	38
1.6 Методы активированного спекания	45
1.7 Методы исследования состав материалов	47
1.8 Трещиностойкость керамики	53
2. Экспериментальная часть	57
2.1 Объект и методы исследования	57
2.2 Результаты проведенного исследования	63
3 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	73
4 Социальная ответственность	92
Заключение	106
Список публикаций	108
Список использованных источников	109
Приложение	113

Введение

До сих пор, в мире современных материалов, керамическим принадлежит важная роль, обусловленная широким и уникальным диапазоном ее химических и физических свойств. Керамика на основе оксида алюминия устойчива к агрессивной среде и можно работать при высокой температуре, является качественным экологически чистым материалом и изолятором. Изделия керамические могут подвергаться механической обработке, на них можно металлы напылять, поэтому расширяет область ее применения. Преимуществами использования керамического материала в технике являются высокие показатели модули упругости, твердости, и износостойкости.

Однако керамический материал является хрупким, ее применению зачастую препятствуют низкое сопротивление распространению трещин и сложность формирования однородной бездефектной структуры. Так что, для достижения высоких физико-механических свойств и улучшения качества керамического материала нужно искать новое технологическое решение и подход к выбору исходных материалов и разработка эффективных методов активирования процесса спекания.

Эффективным способом повышения активности исходных порошков является их механическая активация в энергонапряженных планетарных мельницах. Другим методом активирования процесса спекания корундовой керамики является добавление в исходные порошки ультра- и нанодисперсных керамических порошков.

В настоящее время, наблюдаемый рост пробивной мощности стрелкового оружия и малокалиберной артиллерии заставляет разработчиков средств защиты срочно искать адекватные возможности совершенствования характеристик броневых материалов и защитных структур. Задача поиска новых легких защитных материалов и структур сегодня стоит как никогда остро.

Оксинитрид алюминия представляет собой соединение алюминия и азота, которое описывается формулой $Al_{23}O_{27}N_5$ [1, 2]. Это соединение было синтезировано сравнительно недавно - в 50-х годах прошлого века. В настоящее время керамику из оксинитрида алюминия пытаются получить с использованием различных технологических методов [3].

Жидкофазный синтез проводят с использованием метода пиролиза ультразвукового распыления. В этом случае процесс синтеза порошков оксинитрида алюминия с использованием органических соединений включал контролируемое термическое разрушение смеси компонентов с дальнейшей кристаллизацией продукта, полученного при температурах 900-1350 ° C [4].

Второй способ является спеканием смеси порошков Al_2O_3 и AlN (40:60), одновременно с активацией процесса спекания под давлением. В качестве исходных материалов, именно используемые порошки, полученные методом плазмохимического синтеза [5].

Целью данной работы является исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе многокомпонентных керамических систем.

1 Обзор литературы

1.1 Свойства и структура керамики на основе оксида алюминия

Керамику, в основном состоящую из оксида алюминия, в соответствии с названием минерала природного происхождения корунд, называют корундовой керамикой. Искусственно изготовленная корундовая техническая керамика содержит не только Al_2O_3 , а в ряде случаев добавки и примеси. Корундовой керамикой называют содержащую 95% и более Al_2O_3 и корунд является основной кристаллической фазой [1].

Корундовую керамику предназначенную для разных областей техники, в нашей стране называют по-разному. Все марки корундовой керамики отличаются количеством и типом вводимой добавки, по технологии изготовления и свойствами.

В качестве исходных материалов для производства корундовой керамики применяют главным образом безводные формы оксида алюминия, выпускаемые промышленностью в виде технического глинозема и белого электроплавленного корунда. Безводный оксид алюминия Al_2O_3 имеет несколько кристаллических модификаций. Безусловно установлены α -, β - и γ -модификации глинозема, причем α - и γ - Al_2O_3 представляют собой чистый оксид алюминия. В таблице 1.1 приведены основные свойства кристаллических форм безводного оксида Al_2O_3 .

В природных условиях встречаются только α - форма в виде минералов корунда, рубина, сапфира. α - Al_2O_3 кристаллизуется в тригональной сингонии и относится к оптически одноосным двупредомляющим веществам. Оптический знак- минус. Двупреломление слабое, и $N_o - N_e = 0,008$. Спайность у кристаллов отсутствует. Твердость корунда по шкале Мооса- 9, по шкале Роквелла – 90. Плотность корунда в зависимости от наличия в нем примесей колеблется от 3,98 до 4,01 г/см³. Температура плавления α - Al_2O_3 составляет 2050°C, температура кипения 2707±6 °C. Теплота испарения корунда 484 кДж/моль, теплота образования

оксида алюминия 1,7 МДж/моль. Теплоемкость корунда при 20°С- 0,93, при 800°С-1,1, при 1400°С- 1,2 кДж/моль. Энергия решетки 15,4 МДж/моль [1].

Таблица 1 – Свойства кристаллических форм Al_2O_3 [1]

Форма Al_2O_3	Система кристаллов	Оптические свойства		Плотность, г/см ³
		N_o	N_e	
А	Тригональная	1,765	1,757	3,99
β	Гексагональная	1,66-1,68	1,63-1,65	2,31
γ	Кубическая	1,73	-	3,65*

* Для хорошо выкристаллизовавшегося γ- Al_2O_3 обычно составляет 3,47-3,5.

Второй кристаллической модификацией глинозема является его γ-форма. В природе она не обнаружена и образуется при термической обработке гидратов оксида алюминия, бемита ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) и гидраргиллита ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$). При нагревании γ- Al_2O_3 переходит необратимо в α- форму. Переход этот совершается довольно медленно начиная с 1100 – 1200°С и полностью завершается при 1450°С. При переходе γ- Al_2O_3 в α- форму выделяется 32,8 кДж/моль. Переход из γ- в α- форму сопровождается объемным сжатием на 14,3%, что имеет весьма важное значение. α- Al_2O_3 кристаллизуется в кубической сингонии (типа шпинели).

Третья кристаллическая форма оксида алюминия β – глинозем, модификационная форма глинозема, и представляет собой условное обозначение видов алюминатов, отличающихся весьма высокой концентрацией оксида алюминия. При нагревании до температур 1600 – 1700°С β – глинозем переходит в α – Al_2O_3 с выделением оксида в газообразном состоянии. Показатель преломления β – глинозема, кристаллизующегося в гексагональной системе, колеблется $N_o=1,665-1,680$; $N_e=1,63-1,65$; $N_o-N_e=0,025-0,045$. Оптический знак – минус. Присутствие β – глинозема в отожденном корунде понижает механическую прочность, электрофизические свойства и является нежелательным [2].

Технический глинозем (смесь α, β и γ- модификаций Al_2O_3) – один из самых часто используемых видов сырья для производства корундовой и

другой видов корундовой керамики. Породы служат сырьем для получения глинозема, нахождение естественных гидратов оксида алюминия, среди которых наибольшее значение имеет боксит, состоящий из трех видов гидратов в разном количестве при преимущественном содержании гидраргиллита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) и бемита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Способ производства технического глинозема по методу Байера, основывается на разложении исходного сырья в растворе едкой щелочи с образованием нитратом алюмината, который образует раствор, с сопутствующими бокситу примеси (Fe_2O_3 , SiO_2 и др.) остаются в нерастворенном состоянии. Раствор алюмината очищается от примесей, далее путем соответствующей обработки выделяют чистый гидроксид алюминия. Последний прокаливается в специальных вращающихся печах при температуре 1150 – 1200°C, в результате образуется белый, сыпучий однородный порошок, который и называется техническим глиноземом, а в керамической технологии его называют сырым или неотожженный глиноземом.

Технический глинозем имеют своеобразную форму зерна. Это своеобразные образования мельчайших кристаллов α – и γ – Al_2O_3 размером меньше 0,1 мкм, образующие сферическую форму, так называемую сферолитную структуру. Пористая структура которых (истинная пористость составляет около 50%) оказывает большое влияние на процесс производства изделий, в первую очередь на механический помол и консолидирование. При большинстве сферолитов размером в диапазоне 40 – 70 мкм технический глинозем состоит из крупных зерен (менее 100 – 120 мкм), а также более мелких (несколько мкм).

В процессе изготовления изделий из технического глинозема производят дополнительный обжиг при высоких температурах для того, чтобы осуществить перевод его в α – форму. При этом изменяется гранулометрический состав глинозема. Наблюдается усадка α – Al_2O_3 и частичное спекание мелких фракции, как правило, растет. Степень обжига

технического глинозема взаимосвязана с его насыпной массой. Насыпная масса неотожженного глинозема равна 0,85, а обожженного дополнительно при температуре 1500°C – 1,1 – 1,2, а при 1750°C составляет 1,5 – 1,6 г/см³.

Химико-минералогические составы технического глинозема, выпускаемого промышленностью, регламентированы ГОСТ 6912-74. В зависимости от степени чистоты существует 11 марок глинозема, отличающихся различной степенью чистоты и минералогическим составом. Содержание оксида алюминия определяется как разность между 100%-ным и суммарным содержанием примесей должно быть не менее 98%.

Промышленность производит два основных вида электрокорунда: нормальный и электрокорунд – белый. Нормальный (черный), получают путем электроплавки боксита, а белый электрокорунд получается путем плавки в электрических дуговых печах технического глинозема. Количество Al₂O₃ в черном электрокорунде в связи с тем, что в бокситах содержатся много различных примесей, особенно SiO₂ и Fe₂O₃ – от 91 до 95%, а в белом электрокорунде составляет более 98%. В производстве технической корундовой керамики применяют только белый электрокорунд. По минералогическому составу электрокорунд состоит из α- Al₂O₃. Как примесь в электрокорунде часто встречается в небольших количествах щелоч β-глинозема, содержание которого зависит от чистоты исходного материала, подвергающегося плавке.

В настоящее время свойства корундовой керамики изучены достаточно полно. Интерес к этому материалу постоянно возрастает, улучшали свойства изделий из корунда, и усовершенствовали технологию производства. В настоящее время в промышленном масштабе можно получать корундовые изделия почти с теоретической плотностью и с пористостью до 90% (теплоизоляционные).

Термические свойства. Благодаря тому, что отсутствуют высокотемпературные полимерные превращения с повышением температуры, равномерно происходит термическое расширение.

Температура начала деформации при нагрузке 0,2 МПа корундовой керамики без примесей составляет 1900°С.

Теплопроводность с нулевой пористостью корунда при комнатной температуре составляет 28 Вт/(м·К). С возрастанием температуры значительно уменьшается теплопроводность, что характерно для всех кристаллических материалов. С повышением температуры до 1000°С теплопроводность снижается до 5,8 Вт/(м·К). Теплоемкость корунда до температуры 100°С составляет 0,8 Дж/г и повышается линейно при 1500°С до 1,08 Дж/г.

Термическая стойкость корундовых материалов невысока. Корунд с мелкой кристаллизацией в 3-4 раза менее термостоек, чем корунд с крупной кристаллизацией.

Испаряемость керамики при спекании в вакуумной печи и в среде инертных газов незначительна. При длительном нагревании до температуры 1700°С в вакууме потери составляют 0,4 – 0,5%. Низкая испаряемость делает возможным для длительной эксплуатации при высоких температурах. Однако при длительной эксплуатации происходит рекристаллизация и снижаются свойства. Данный процесс называется «старением» керамики: увеличивается размер кристаллов, изменяется пористость, понижается прочность, понижаются электрофизические свойства керамики.

1.2 Структура и свойство керамики на основе оксинитрида алюминия

Оксинитрид алюминия представляет собой соединение алюминия кислорода и азота и описывается формулой $Al_{23}O_{27}N_5$ [2]. Это соединение было синтезировано сравнительно недавно – в 50-х гг. прошлого века. В наше время интерес к нему многократно возрос. Обладая низкой кристаллической симметрией – кубическая сингония, – этот материал без значительных затрат позволяет получать прозрачную керамику по обычной керамической технологии. В нижеследующей таблице приведены свойства керамики ALON в сравнении с другими прозрачными керамическими материалами.

Таблица 2 - Свойства ALON

Физические свойства	
Молярная масса	56.9877 г/моль
Плотность	3,688 г/см ³
Термические свойства	
Температура плавления	2140 °С
Оптические свойства	
Показатель преломления	1,78891
Структура	
Кристаллическая структура	кубическая шпинель: $Al_{(64+x)/3}O_{32-x}N_x$ ($2.75 \leq x \leq 5$)

1.3 Получение и применение ALON

1.3.1 Получение ALON

По данным литературных источников керамику из оксинитрида алюминия пытаются получать с применением разных технологических методов[3].

Один из таких методов заключается в получении оксинитридной керамики путём синтезирования тонкодисперсных порошков состава $Al_{23}O_{27}N_5$ с последующим их прессованием и спеканием. В то же время такой, традиционный для порошковой металлургии метод, является достаточно сложным и не всегда эффективным. Это обусловлено как чрезвычайно высокой стоимостью самого порошка, так и необходимостью применения при его компактировании высокочувствительной технологии изостатического прессования под большим давлением (HIP), которая обеспечивает получение беспористой, высокоплотной структуры, а, следовательно, и высокую степень прозрачности материала. Поэтому важен поиск путей снижения стоимости материала за счёт использования более дешёвого исходного сырья и применения менее затратных технологий компактирования. Известен твердофазный синтез порошков $Al_{23}O_{27}N_5$, и метод прямого синтеза порошков металлического алюминия путём нитрирования в пламени горелки в газовой среде, содержащей смесь азот- и углеродсодержащих газов. Сведения о жидкофазных методах синтеза оксинитрида алюминия в открытой периодике отсутствуют. Используют также метод получения порошка оксинитрида алюминия, основанный на механическом измельчении порошковой смеси алюминия и оксида алюминия в азотсодержащей атмосфере до образования частиц из твердого раствора нитрида алюминия с оксидом алюминия с последующим нагревом смеси в атмосфере азота при избыточном давлении.

Альтернативный подход основан на синтезе оксинитрида алюминия из смеси порошков оксида алюминия и нитрида алюминия с рядом добавок. Однако указывается, что для полного завершения синтеза и обеспечения

прозрачности материала процесс должен протекать под давлением и при высокой температуре довольно значительное времени (от 6 до 16 часов). Использование исходных порошков с грубой морфологией приводит к формированию неоднородной поликристаллической структуры с заметной пористостью, что существенно ухудшает прозрачность изделия. Повышение температуры образца до точки плавления материала с целью устранения пористости, не приводит к положительному результату. Для разрешения данной проблемы в некоторых исследованиях предлагается вводить специальные добавки (иттрий и лантан и др.), которые должны способствовать улучшению процесса спекания. В ряде опытов был получен положительный эффект, но прозрачность изделий не поднималась выше 60% от полной прозрачности материала.

В результате анализа этих методов в лаборатории Института металловедения им. Байкова РАН была проведена экспериментальная оценка разных методов синтеза оксинитрида алюминия:

1. жидкофазный синтез порошков оксинитрида алюминия с использованием органических соединений;
2. спекание смеси из тонкодисперсных порошков Al_2O_3 и AlN , или смеси порошков алюминия и Al_2O_3 в атмосфере азота;
3. спекание под давлением смеси порошков Al_2O_3 и AlN , полученных плазмохимическим синтезом.

1.3.2 Применение ALON

Из-за превосходной оптической прозрачности, прочности и твердости, оптическая керамика ALON находит перспективу для применения во многих областях гражданской и военной техники. В гражданских областях большой интерес проявлен и уже ALON применяется как керамика, прозрачная для инфракрасного излучения в области волны миллиметрового диапазона, для окон сканеров. Кроме того, она рассматривается как конкурент полупроводниковым подложкам с высокой теплопроводностью из нитрида алюминия для электронных устройств большой мощности. Большое

внимание уделяется использованию AlON в военной технике. Имеется два перспективных направления. Одно связано с производством прозрачных колпаков для боевых ракет, самонаводящихся по лазерному лучу. В данном случае из-за несравнимо высокой прочности, стойкости к термическому воздействию от трения в газовом потоке этому материалу не может составить конкуренцию ни одна прозрачная керамика, включая кварц и сапфир, вследствие дороговизны технологии их производства. Второе направление использования AlON в военной технике, занимающее доминирующее место, является использование этого материала в элементах прозрачной бронезащиты. В этом направлении наиболее интересны результаты баллистических испытаний пластин из разных прозрачных керамик, выполненных в армейских лабораториях в Абердине[1]. Для испытаний использовали образцы керамических пластин из трех прозрачных керамик: AlON, магнийалюминиевой шпинели ($Al_2O_3 * MgO$), сапфира (прозрачная керамика Al_2O_3) и традиционно применяемой для этой цели кварцевой керамики. Керамика ALON показала свойства на 10 % лучше, чем шпинель, и на 20 % лучше, чем броня из сапфира. А что касается кварцевой керамики, то опытные пластины AlON по характеристикам бронезащиты превосходили пластины из кварцевого стекла на 250 %.

Оксинитрид алюминия призван заменить довольно привычное пуленепробиваемое стекло. Однако на этом его функции не заканчиваются. Отполировав ALON, из него можно сделать стекло для иллюминатора, более того, его невозможно поцарапать привычными способами, а также он обладает отличной удароустойчивостью.

При всех этих показателях, ALON вдвое легче и тоньше чем обычное бронестекло. Также ALON(рисунок1) используется как важнейший наружный слой экспериментальной прозрачной брони, которая разрабатывается ВВС США для окон бронированных машин.

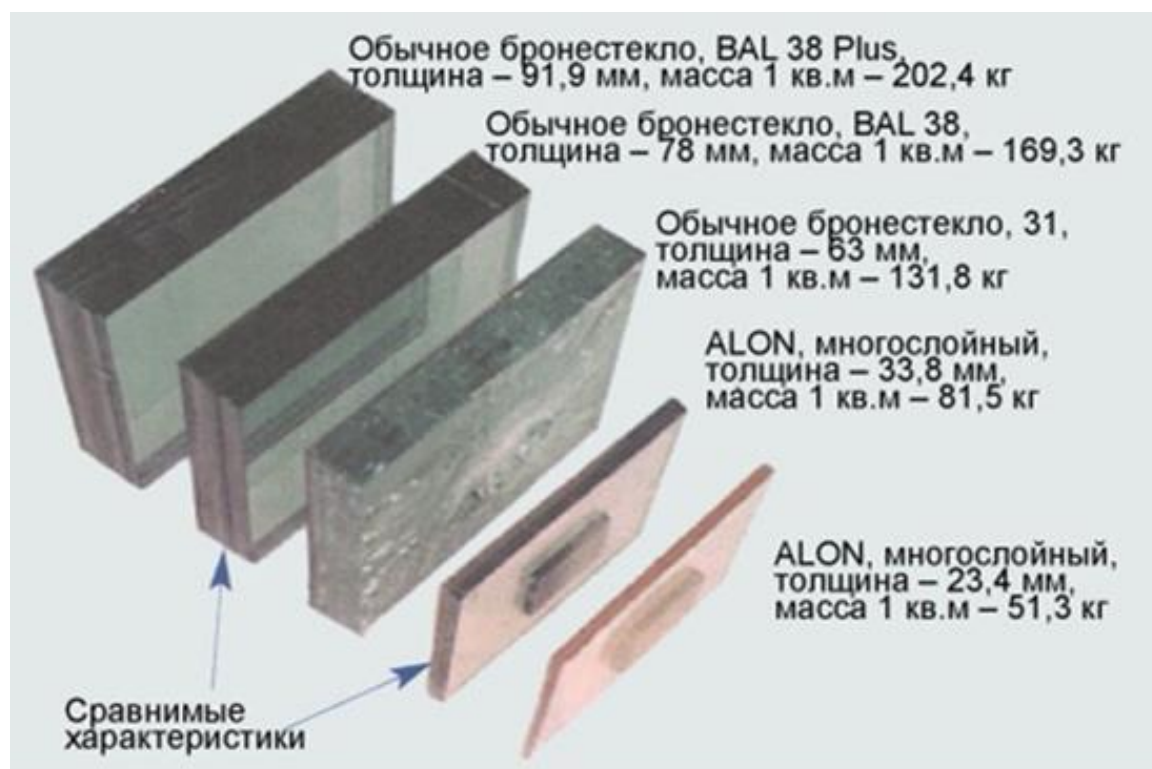


Рисунок 1- Сравнение ALON и бронестекла

Компания Microsoft, в корпусе своей разработки «умные часы» применяет именно оксинитрид алюминия. Также он используется в качестве подложек для полупроводниковых интегральных микросхем, для изготовления осветительных приборов. Возможно, изготовление алюминиевых конструкций с использованием ALON-а уже не за горами, однако лишь в случае снижения стоимости материала.

1.4 Современные технологии оксидных керамик

1.4.1 Получение исходных порошков

Существуют следующие методы для получения порошков: Физико-химические методы получения порошков понимаются такие технологические процессы, в которых, из-за глубоких физико-химических превращений, металл или сплав переходит в порошкообразном состоянии. Полученный порошок может отличаться по химическому составу от исходных продуктов.

Дробление в мельницах. Самым простым аппаратом для шлифования является сферическая вращающаяся мельница, которая представляет собой стальной цилиндрический барабан, внутри которого находятся шлифовальные тела, часто только из стальных или карбидных шариков. Важную роль играет скорость вращения мельницы, количество шлифовальных тел, их форма, масса материала, загруженное шлифование, продолжительность шлифовальной среды [6].

Дробление в шаровых вибрационных мельницах. Шаровые вибрационные мельницы (рисунок. 2) обеспечивают быстрое и точное шлифование различных материалов, например карбидов титана, вольфрама, кремния, охрома, ванадия, бора и т. д.

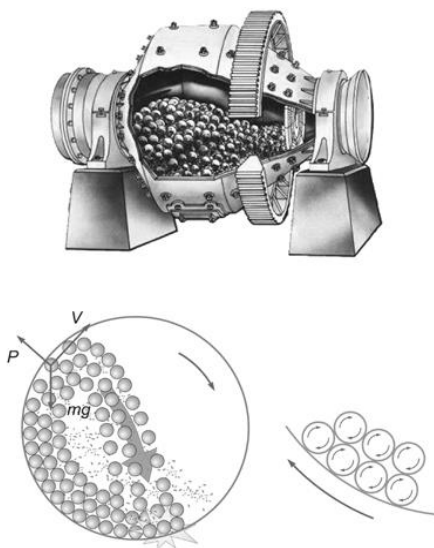


Рисунок 2 – Приборы шаровой мельницы схема перемещения шариков в барабан

Измельчение бронзы и алюминия можно получить путем вибрационного шлифования, а алюминиевое призм-шлифование должно выполняться в жидкой среде, чтобы избежать взрыва.

Основные показатели режима помола, такие как мельницы коэффициента заполнения измельчающей среды и измельчающий материал, массовое соотношение между ними, типа помола (сухой или влажный), обычно устанавливаются эмпирически с учетом свойств материал, подлежащий дроблению и требуемая тонкость помола. Материал для мелющих тел чаще всего стали или твердых сплавов [6].

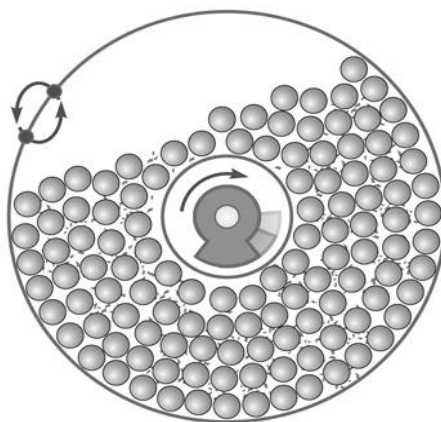


Рисунок 3 – Схема работы вибрационной мельницы

Измельчение в вихревых мельницах. Основной шок и абразивные силы возникают, когда частицы материала наземного сталкиваются в вихревой мельнице (рисунок 3). Полученные частицы могут иметь разные формы: околочную, шелушащуюся, сферическую, пластинчатую (с углублением на поверхности). В результате вихревого помола, очень тонкие и пирофорные порошки могут быть получены, например, порошки железа.

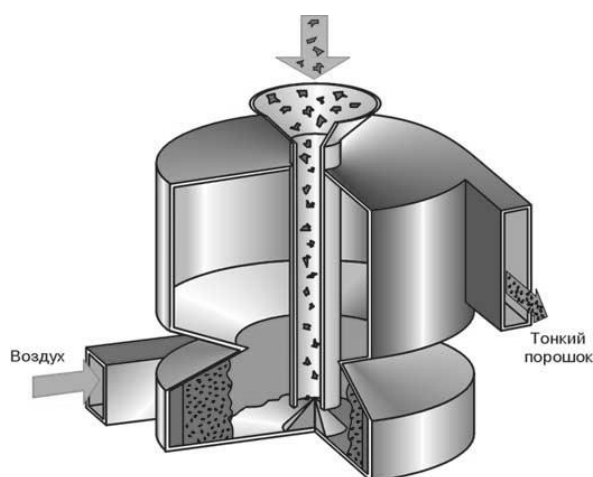


Рисунок 4 – Схема работы вихревой мельницы

Дробление планетарных центробежных и гироскопических мельниц. Планетарные центробежные мельницы (рис.4) позволяют выполнять мелко-измельчение трудноизвлекаемых материалов во много раз быстрее, часто на обычных шаровых, оварияльных и вибрационных мельницах. Каждый из 2 -- вертикально расположенный барабан с шлифовальным материалом вращается вокруг своей собственной продольной оси, так что вокруг оси, общей для диска, на котором он закреплен. Направления вращения противоположны [6].

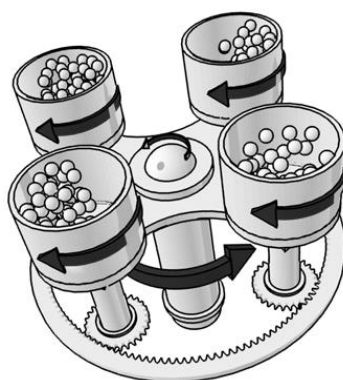


Рисунок 5 – Схема работы планетарной мельницы

Измельчение с помощью ультразвука. Механизм ультразвукового удаления состоит в расклинивающем действии кавитационных воздействий. В течение первых 5 минут ультразвукового воздействия, все голые швы между зернами срабатывают, что приводит к максимальному разрушению материала. Определенный вклад в измельчении твердых частиц производится

их столкновении друг с другом и трения по отношению к жидкости, так как под действием ударной волны, они приобретают очень значительное ускорение, начинают двигаться в жидкости со сверхзвуковой скоростью.

Диспергирование осуществляется в спирте, воде, ацетоне и других жидкостей. Полученные порошки являются достаточно химически чистыми, но частицы содержат больше микроискажений, после того, как измельчение в шаровой мельнице[6].

1.4.2 Способы формования оксидных порошков

Прессование - формирование порошкообразных металлов - одна из трудоемких операций порошковой металлургии, которая приводит к применению приложенной силы из бесформенного свободно текучего порошка для получения относительно сильного прессования тела, близкого по форме и размеру к форму и размеры готового продукта, принимая во внимание изменения размеров в процессе спекания. Прессование порошковых материалов основано на приготовлении смеси порошков данного химического и гранулометрического состава, дозирования и обратной засыпки смеси в пресс-форме, особенно прессования, овипрессовки заготовок и контроля качества. Условиях прессование (давление, схема, холодный, горячий и т.д.) определяет физико-химические и механические свойства готовых изделий, их эксплуатационной цели.

Зависимость давления прессования от плотности уплотнений. Увеличение плотности прессовочного за счет увеличения давления является неравномерным. На первом этапе прессования как показано на рисунке 6 , наибольшее увеличение давления уже вызывается значительными увеличениями плотности прессовок, и с последующим прессованием, наоборот, также очень высокое давление приводится лишь к незначительному увеличению плотности [7].

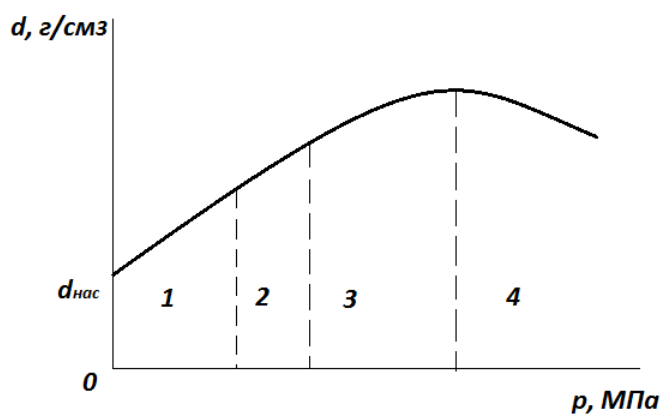


Рисунок 6 – Диаграмма зависимости плотности прессовок от давления прессования: 1 - 4 - стадии прессования

Эта зависимость объясняется рядом последовательных стадий уплотнения, каждый из которых может быть визуально представлен с использованием моделей Зеелига (рисунок 7).

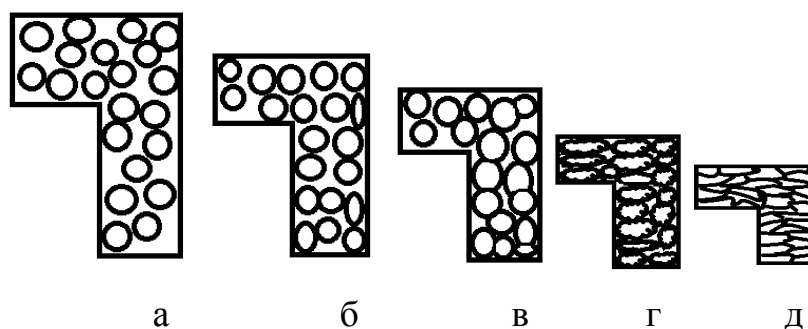


Рисунок 7 –Этапы прессования закрытых форм: а - засыпка порошка; б, в - разрушение лингвистики; г - начало деформации частиц; д - конец прессования

1.4.2.1 Холодное прессование в закрытых пресс-формах

Холодная статическое прессование применяется для изготовлении конструкционных и инструментальных деталей. Легко автоматизировать и обеспечить закупку заготовок в форме и размере соответствующих готовых изделий. В большинстве случаев продукты, прессованные в закрытые формы, не подвергаются дальнейшей механической обработке, а после спекания они вводятся в действие или подвергаются дополнительной обработке, чтобы улучшить состояние поверхности, увеличить точность по размеру и придать специальные свойства [7].

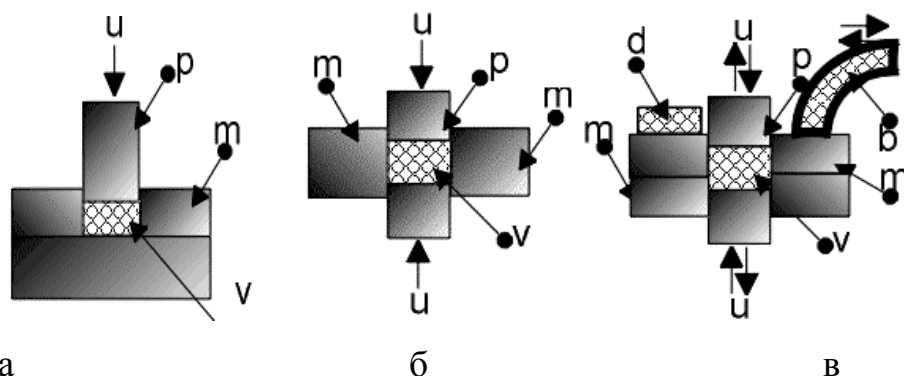


Рисунок 8 – Различные варианты прессования: а – прессование с одним пуансоном; б – прессование с двумя пуансонами; в – прессование с автоматически заполнением пресс-формы и выталкиванием готовой прессовки (u – направление усилия, m – матрица пресс формы, p – пуансон, v – прессуемое вещество (порошок), b – бункер-питатель, d – спрессованная деталь) [7]

1.4.2.1 Гидростатическое прессование

Процесс изостатического прессования осуществляется в резиновых оболочках, которые подвергаются всестороннему сжатию давления передачи рабочей среды. В этом случае исключаются как потеря фрикционного давления на металлическую форму, так и различия в установленных коэффициентах сжатия в отдельных частях формованного тела. Особенно эффективен этот способ при получении изделий, которых намного превышает [9].

В ряде случаев, изостатическое прессование также используются для производства изделий из относительно простой и благоприятной конфигурации, если это необходимо, чтобы обеспечить устранение внутренних напряжений и максимальные их однородности, предотвращают даже небольшую деформацию при стрельбе, вызванную непостоянством усадки огня в разных направлениях и на разных участках.[9].

У гидростатического прессования принципиальная схема которая приведена на рисунке 9 Этот метод даёт возможность изготавливать из порошковых, пластичных, малопластичных и непластичных образных материалов высокопрочных изделий, формы и размеры которых не позволяют применить для других способов изготовления изделий [10].

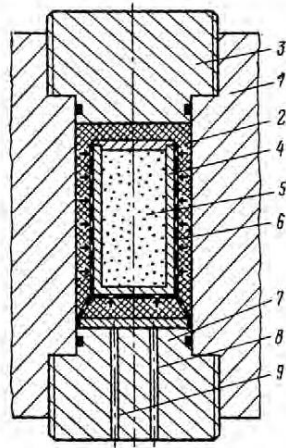


Рисунок 9 - Основная схема изостатического прессования: 01 - сосуд высокого давления; 2 - жидкость под высоким давлением; 3-верхний затвор; 4 - эластичная форма; 5-прессовый порошок; 6 - перфорированная корзина; 7-нижние ворота; 8 - высокое давление; 9 - сточные воды

1.5 Спекание

Спекание – это процесс нагрева, в котором коричневая деталь, состоящая из отдельных частиц порошка, консолидируется для обеспечения необходимой прочности в готовом продукте. Процесс проводят при повышенных температурах, но ниже температуры плавления металла. На рисунке 10 показано образование шеек между частицами, вызванное спеканием [10]. Металлы подвержены окислению при повышенных температурах, и именно по этой причине спекание осуществляется в контролируемой атмосфере и в вакуумных печах. Некоторыми факторами контроля во время спекания являются температура спекания, скорость нагрева, время спекания, атмосфера спекания и скорость охлаждения.

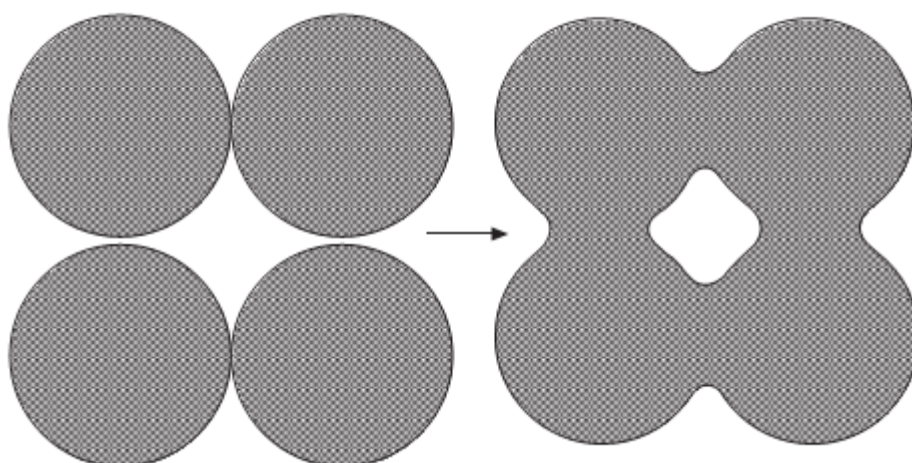


Рисунок 10 – Представление образования шеи, вызванное спеканием [10]

Для избегания окисления металла обычно используются восстановительные атмосферы и выбранные температуры. Восстановительные атмосферы также имеют дополнительное преимущество – уменьшение количества оксида на поверхностях частиц порошка, которое имеет тенденцию быть более высоким в порошке с более мелкими частицами [10]. Выбор параметров спекания определяется металлом, который спекается.

Тот факт, что используемые в МІМ-технологии порошки намного мельче, чем те, которые используются в порошковой металлургии, означает, что спекание происходит более легко из-за более высокой поверхностной

энергии частиц. МИМ-детали также подвергаются большей усадке по сравнению с деталями, полученными традиционной порошковой металлургией, поскольку коричневая деталь имеет большую пористость. Линейная усадка обычно достигает 15-20 % [10]. Поэтому необходимо также тщательно контролировать температуру спекания во избежание деформирования, а также для достижения необходимой плотности.

Спеченные МИМ-детали имеют некоторую остаточную пористость и конечный продукт, как правило, имеет плотность в диапазоне 95-99 % от теоретической плотности. Поэтому механические свойства МИМ-деталей хуже механических свойств кованных материалов того же состава, но не значительно [10]. Механические свойства могут быть улучшены путем дальнейшей термообработки, методами консолидации, таких как горячее изостатическое прессование и обработка поверхности. На рисунке 1.6 показана диаграмма причинно-следственных связей, иллюстрирующая возможные эффекты факторов на плотность спеченных деталей. Эти факторы и параметры должны координироваться для достижения целевых свойств компонента МИМ, подвергаемого спеканию.

Спекание может быть оптимизировано путем выбора соответствующих параметров спекания, перечисленных на рисунке 11. Например, если уменьшить размер частиц в порошке, то будет более быстрое спекание, но это увеличит эксплуатационные расходы, а также увеличится уровень примесей в конечном продукте. Увеличение времени спекания также увеличивает стоимость, ведет к росту зерна и снижает выпуск продукции. Если принято решение повысить температуру спекания, то деталь будет иметь большую усадку и поэтому будет плотнее, но с укрупнением пор. Однако это также приведет к росту зерна и увеличению эксплуатационных расходов. Стоимость, связанная с процессом спекания, зависит от спекаемого материала и типа атмосферы спекания.



Рисунок 11 – Диаграмма причинно-следственной связи, иллюстрирующая возможные эффекты факторов на плотность спеченных деталей

1.5.1 Спекание оксидных керамик

Спекание порошковых материалов – это тепловая обработка свободно насыпанного порошка или прессованных заготовок при $0,70 \dots 0,90$ абсолютной температуры плавления металла порошка в однокомпонентной системе или ниже температуры плавления основных металлов в многокомпонентных системах порошков. Спекание состоит из нагревания изделий до заданной температуры, изотермической выдержки при этих температурах и охлаждения до комнатных температур.

В металловедении под термином «спекание» понимают одну из важнейших технологических операций порошковой металлургии, при которой в результате диффузионных, рекристаллизационных и других процессов при термической обработке из свободно насыпанного или уплотнённого конгломерата частиц порошка создаётся единое тело, обладающее определённой структурой и свойствами. [11].

С термодинамической точки зрения спекание можно рассматривать как процесс восстановления атомно-кристаллической структуры металла частиц, а также как процесс перемещения атомов из энергетически «невыгодных» мест в такие места, где свободная энергия системы

минимальна. Спекание – кинетический процесс освобождения порошковой системы от неравновесных дефектов.

Поры и их роль в процессе спекания. При холодном прессовании металлических порошков получить беспористые заготовки практически невозможно, в результате чего они содержат межчастичные поры, исходное состояние которых оказывает влияние на кинетику спекания за счёт изменения формы пор, их залечивания и полного исчезновения. Помимо пор, связанных с прессованием, частицы порошков содержат большое число микропор, рыхлостей и т.п., которые при спекании могут перераспределяться внутри частиц, залечиваться, коалесцировать и оказывать влияние на процессы, происходящие при спекании, как на поверхности частиц, так и внутри них [11].

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

Влияние температуры спекания на формирование структуры материалов. Температура спекания определяет не только частиц природой металла, и состоянием и удельной поверхностью частиц, дисперсностью и их формой, дефектностью кристаллической структуры металла и т.п. Влияние температуры спекания на структуру и свойства порошковых изделий тесно связано с физико-химическими и технологическими характеристиками порошка, величиной, давлением

прессования, временем спекания, а также величиной нагрузки, прилагаемой к изделию в процессе спекания.

Связь между давлением прессования и спеканием. Многие явления, протекающие при спекании, определяются усилием давления при прессовании. Чем выше давление при прессованиях, тем больше остаточные напряжения в частицах. Чем выше дефектность структуры частиц, тем значительнее изменяются закономерности спекания. Значительно зависят от давления, прессования усадка и плотность спечённых изделий.

Увеличение площади контактов между частицами и сближение центров частиц эквивалентно исчезновению части объема, занятого порами. Важнейший вопрос теории и практики спекания порошковых тел – определение кинетики спекания. Авторами [12] разработана методика определения кинетики спекания НП.

Термодинамическим условием жидкофазного спекания, так же как и твердофазного, является стремление системы к минимальной поверхностной энергии. Основная усадка в процессе жидкофазного спекания при удовлетворительном смачивании твердых частиц жидкостью обусловлена, во-первых, стягиванием и перегруппировкой частиц под действием капиллярных сил жидкой фазы и, во-вторых, переносом материала твердых частиц через жидкую фазу. Наибольшая часть уплотнения достигается в процессе стягивания и перегруппировки твердых частиц. При жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами эффективное уплотнение достигается при меньших количествах жидкой фазы вследствие дополнительной, но более медленной усадки за счет перекристаллизации через жидкую фазу и диспергирование крупных частиц при проникновении расплава по границе зерен, подстройке их формы и коалесценции за счет растворения и осаждения. Значительное влияние на окончательное уплотнение при жидкофазном спекании систем с взаимодействующими компонентами оказывает процесс аккомодации формы сближающихся твердых частиц. Это особенно

важно при малых количествах жидкой фазы [13].

В работах [14-16] было показано, что быстрая усадка компактов НП на начальной стадии спекания и логарифмическая зависимость температуры начала спекания от величины, обратной размеру спекаемых НЧ не могут быть объяснены с диффузионным механизмом спеканий. Там же была выдвинута гипотеза о том, что начальная стадия спекания НП определяется флуктуационным плавлением НЧ, термодинамические параметры которых подвержены флуктуациям. Во время нахождения частицы в жидком состоянии, флуктуационно расплавившаяся частица заполняет собой пустоты между соседними частицами и объединяется с ними. Одним из ключевых вопросов в развитии флуктуационной теории спекания нанопорошков на начальной стадии является определение механизма объединения (слияния) флуктуационно расплавленной частицы с соседями.

В работе [17] было показано, что волнистая модель спекания НП хорошо описывает начальную стадию спекания при низкой температуре (близко к температуре начала спекания). В предположении, что волнистая расплавившаяся частица объединяется с одной соседней частицей максимального объема, результаты расчетов были лучше всего согласуются с экспериментом.

1.5.2 Горячее прессование

Горячим прессованием (называемое случаем и спеканием под давлением) представляет собой комбинированный процесс прессования и спекания. В зависимости от того что характеристики порошков и ряда других факторов процесс как обычно проводят при температуре 0,5-0,8 от точки плавления формованных материалов и при удельных давлениях от одного до десятка мегапаскалей.

Горячее прессование позволяет реализовать увеличение текучести материалов, наблюдаемых с повышением температуры, и в ряде случаев получить практически непроницаемые продукты. Благодаря того что более

низким температурам и меньшей длительности процесса, по сравнению с обычным спеканием, кристаллы роста ограничены, и мелкозернистая структура материала достигается. В то же время этот способ обещает даже тогда, когда полное спекание материала не требуется. В этом случае заданная плотность пористого керамического материала достигается при более низких температурах, чем при обычном спекании. Снижение температуры спекания позволяет свести к минимуму роста зерен, чтобы регулировать пористость и получать материал с повышенной прочностью. Выбор режимов процесса, можно стимулировать увеличение роста кристаллов, необходимого для производства керамики [8]. Процесс горячего прессования является менее чувствительным к определенным физическим свойствам и технологическим характеристикам сырья (в частности, диффузионная подвижности и распределении зерна), который играет исключительную роль во время нормального погружения. В то же время в ходе этого процесса начальная активность порошков играет важную роль (по сравнению с обычным спеканием). При горячем прессовании большой вклад в спекание, связанный с активным состоянием исходных компонентов, в связи с самой короткой продолжительностью процесса. Это позволяет (в отличие от обычного спекания) в большей степени переходного равновесия структуры порошков в область температурного завершения процесса.

Поскольку во время горячего прессования временная технологическая связь обычно не требуется, одна из причин возникновения пористости или некоторых возможных дефектов материала устраняется.

В то же время при горячем прессовании, операции прессования и спекания производятся также одновременно, этот процесс имеет свои особенности. В отличие от холодного прессования, давление значительно увеличивается, что необходимо для прохождения процесса спекания, который, в свою очередь, при внешнем давлении, в свою очередь, значительно уменьшается (по сравнению с обычным спеканием). Давление прессования в этом процессе, может быть уменьшена на порядок или больше

по сравнению с обычным прессованием. В то же время, с горячим прессованием, температура процесса, как правило, 100 - 400 ° С ниже, чем при обычном спекании, что в некоторых случаях может исключить нежелательные процессы, связанные с высокой температурой. Последние в случае получения керамики, например тип ЦТС, позволяют исключить испарение Ий, отмечающееся при обычном спекании [9].

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

Макеты установок для процесса горячего прессования чрезвычайно разнообразны. На рисунке 12 показано, например, схема установок и форм для горячего прессования в соответствии с данными [9].

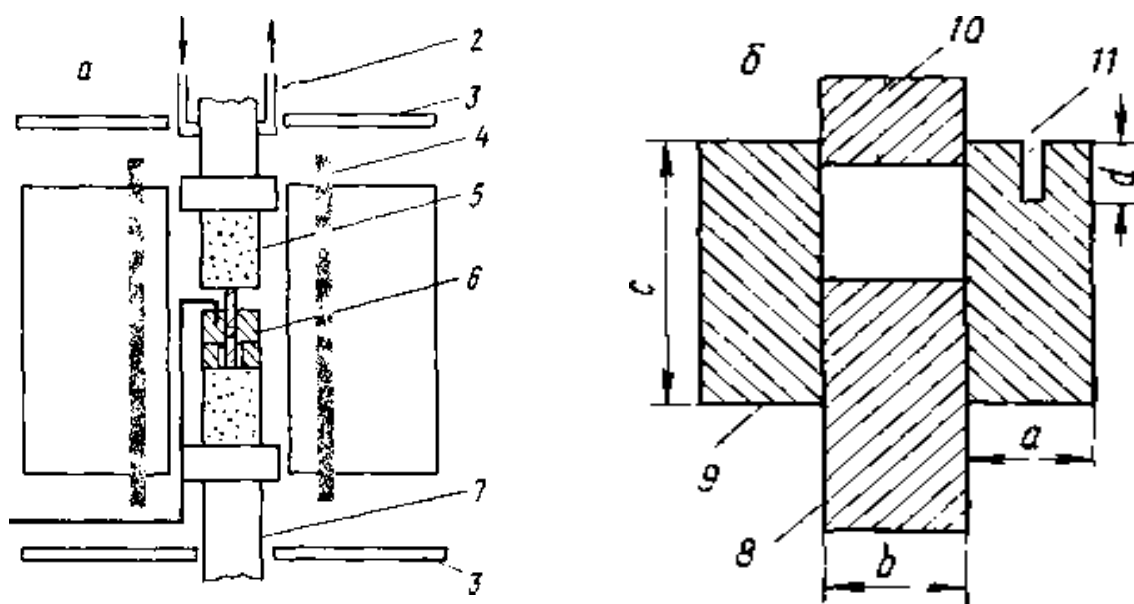


Рисунок 12 — Схема установки (а) и прессформы (б) для горячего прессования: 1 — термопара; 2 — система водного охлаждения; 3 — металлическая теплоотражающая плита; 4 — нагревательный силитовый стержень; 5 — корундовый стержень для передачи давления; 6 — прессформа; 7 — подвижный пуансон; 8 — нижний пуансон; 9 — корпус формы; 10 — верхний пуансон; 11 — щель для термопары

Установка состоит из печи и механизма прессования под высоким давлением. Печь имеет кольцевую форму и нагревается нагреванием силикатных стержней. Формовочный механизм снабжен регулирующим устройством, которое позволяет поддерживать постоянное давление [9].

Основная трудность метода горячего прессования заключается в выборе материала технологического оборудования (матриц, пуансонов). Материалы в связи с тяжелыми условиями работы должны обладать высокой механической и химической стойкостью, теплостойкостью, теплопроводностью и износостойкостью в температурном диапазоне горячего прессования. Наиболее сложный вопрос заключается в обеспечении механической прочности форм при температурах процесса. В большинстве случаев используются графитовые формы, В зависимости от типа и размера продуктов при горячем прессовании в графитовых формах температуры от 2000 — 2500 °С при $P_{уд} = 50 \div 100$ МПа. Однако части графита в воздушной среде постепенно сжигаются и, кроме того, могут оказывать восстанавливающее воздействие на некоторые керамические материалы[9].

1.5.3 Искровое плазменное спекание

В последнее время эффективным методом консолидации порошковых материалов с образованием наноматериалов относящихся к классу конструкционных керамик. принято считать искровое плазменное спекание (Spark Plasma Sintering (SPS)) [20]. Метод ИПС - спекания является инновационной технологией позволяющей получать материалы с высокими эксплуатационными характеристиками, представляющими собой как керамические, так и смешанные металлокерамические матрицы [21].

Теория искрового плазменного спекания (ИПС) основана на явлении электрического искрового разряда, когда импульс тока высокой энергии мгновенно порождает искровую плазму при высоких локальных температурах между частицами. Энергия искры испаряет загрязняющие

вещества и оксиды на поверхности частиц до образования перемычки. Тепло концентрируется на поверхности частиц, вызывая пластическую деформацию, которая способствует достижения высокой плотности.

Прибор Plasma Sintering производства японской фирмы Sinter land INC. Он направлен на проведение научных исследований и экспериментов, чтобы создать широкий спектр новых материалов серийного производства. Основным принципом системы является отсутствие использования оборудования, даже если неподготовленный персонал может обеспечить эффективное и качественное спекание.

Технология ИПС даёт возможность работать на переднем крае порошковой металлургии: широчайшие возможности спекания различных неорганических материалов, включая чёрные и цветные металлы.

Процесс искрового плазменного спекания начинается с прессования порошкового материала под большим давлением. Затем подачей электрического импульса большой мощности, формируемого с помощью уникального генератора постоянного тока, в участках образования контактных перешейков между частицами спекаемого материала концентрируется энергия высокой плотности, которая обеспечивает пространственную точность прессовки и однородность компактного материала.



Рисунок 13 – Установка искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering - Labox 650, Sinter Land, Япония) [22]

По сравнению с обычными методами система спекания искровой плазмы позволяет получать высококачественные спеченные материалы при более низких температурах и в течение более короткого времени. Например, возможно так получение аморфных материалов, за короткое время при температуре которая ниже чем температуры кристаллизации. Таким образом, становится возможным контролировать полученную микроструктуру, контролировать рост кристаллов, сохранять исходные свойства материалов. В зависимости от проблемы спекание может проводиться под давлением, в присутствии инертных газов или также в вакууме. Система работает в диапазоне температур до 2400°C [23]. Контроль температуры осуществляется с использованием термопары или пирометра. Все системы ИПСoThermal Technology позволяют вам программировать параметры давления, мощности и данных[21].



Рисунок 14 – Процесс искрового плазменного спекания

Технология ИПС была разработана с учетом требований простоты и безопасности использования и внедрения самых сложных исследований новых материалов. Специально разработанное водяное охлаждение вакуумной камеры - «вертикальный цилиндр», позволило увеличить размеры спеченного образца. Высокоэффективная тепловая защита системы повысит удобство и безопасность обработки спеченных материалов. Кроме того, для повышения безопасности система имеет встроенные модули для визуального контроля и предупредительных сигналов, а также возможность автоматических управлений[23].

Преимущества технологии ИПС:

- Общая плотность и пористость контролируемая
- Предварительная обработка с давлением и связующими материалы НЕ требуются
- Равномерное спекание не только однородных и разнородных материалов
- Удобность для использования
- Высокая коэффициент КПД
- Испарение существующих примесей
- Производства деталей сразу в окончательной виде и получение профиля.
- Минимальный размер зерна

- Минимальное влияние на структуру продукции
- Низкие себестоимости

Конкурентные преимущества технологии ИПС:

- Удаленное компьютерное программирование системы с выходом полной графической информации
- Сбор данных – входит в стандартную комплектацию
- Технически совершенный, испуская чистую синусоиду, источник питания с возможностью регулировки формы тока
- Полностью программируемый, с возможностью внесения изменений частоты в середине процесса!
- Гидравлическая система с цифровым сервоприводом для ультратонкого контроля силы
- Независимости точного усилия поддерживаются от расширения или уплотнения материала
- Передняя нагрузка
- Увеличенная рамка жесткости
- Малый импеданс, чтобы обеспечить чистую текущую волну
- Открытый и гибкий дизайн системы
- Гидравлический и вакуумный пост может быть расположены сбоку либо сзади системы
- Все системы агломерационных компаний с искровой плазмой ThermalTechnology включают:
 - Сбор рабочих времени
 - Современные источники питания высокой производительности с четкой прямоугольной формой
 - Полностью программируемых источников питания с возможностью регулировки сигнала в ходе рабочего процесса
 - Гидравлическая система управляется сервоклапаном, для того, чтобы гарантировать, что точное управление

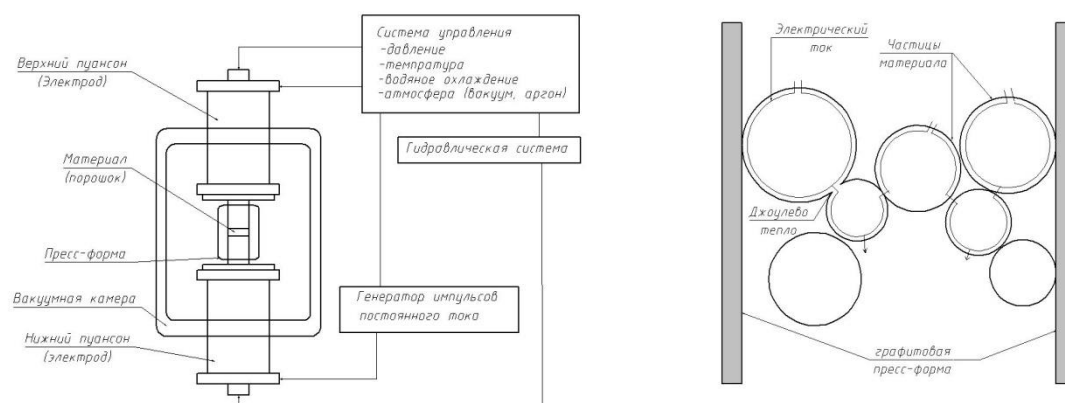
– Передняя загрузка — открывающая передняя стенка камеры [25]

В настоящее время промышленные модели ИПС используются в производственном процессе ведущего современные автомобильные компании, машиностроительные предприятия, производители электронных и оптических приборов и т.д.

Таблица 3 – Технические применения ИПС [23]

Материалы для электроники	термоэлектрические полупроводники, мишени, магнетики и диэлектрики и др.
Нанофазные материалы	сплавы типа Al-Si
Твердосплавные инструментальные материалы	вольфрамкобальтовые с кобальтовой связующей фазой (WC/Co), керамические или металлокерамические режущие инструменты, коррозионно- и износостойкие материалы.
Алмазные инструментальные материалы	соединение кобальта и бронзы, дроблёного и цельного камня, крошащие резцы и резервуары, режущие лезвия и пр.
Пористые материалы	керамические и металлические биореакторы, фильтры, материалы аккумуляторных батарей.
Материалы для литья и прессования	материалы для прессования, волочения, пресс-формы и т.п.

Основным отличием ИПС от ГП является способамс нагревания, осуществляемый электрическим потоком, который пропускается непосредственно через пресс-форму и размещенный в ней. В этом случае, искровой разряд (эффект плазма) возникает на границе контакта частиц материала, что облегчает перенос вещества с искровым плазмы и образование мостиков между частицами, их дальнейшими расширениями и пластической переориентацию частиц под влияниями внешнего давления (рисунке 15Б).



А

Б

Рисунок 15 – Технология спекания искровой плазмы: А - базовая схема синтеза ИПС Б —общая схема нагрева методом ИПС

Также, в процессе классического горячего прессования, тепловая энергия эффекта Джоуля сообщается материалу извне (от индукционного или резистивного нагревателя), в результате этого между центром и периферией (поверхностью) заготовки существует значительный градиент температур (пространственная неоднородность температуры) особенно при большом объеме заготовок. В связи с этим возможностям горячего прессования крупногабаритных изделий ограничены из-за того что риск получения неоднородного материала и, соответственно, свойства. Кроме того, цикл горячего прессования занимает относительно большое время, поскольку приложение давления можно осуществлять только после определенной выдержки, необходимой для выравнивания температуры заготовки. Технология ИПС позволяет решить оба этих недостатка ГП: риск неоднородности изделия и большая длительность цикла [25].

1.6 Методы активированного спекания

Цель разработки методов активированного спекания представляется собой созданием оптимальных условий для процесса спекания. В то же время, они имеют тенденцию к увеличению степени уплотнения а также снижения температуры спекания. В технологии механической активации наиболее широко используется. Наряду с этим что существуют способы горячего прессования, всплеска давления и кратковременного спекания (термическая активация процессов спекания из-за увеличения скорости и температуры нагрева).

Активированное спекание порошков - спекание активных порошков - порошки с неупорядоченной кристаллической структурой, высокой дисперсностью, неоднородностью, неустойчивостью фазы, то есть порошки с структурной и термодинамической неустойчивостью атомов.

В процессе спекания, более активный порошок считается тот, чье нажатие клейкого равновесий становится более плотной на более высокой скорости, а активность однозначно связаны с наличием дефектов в кристаллической структуре порошка. Дефекты, определяющие активность, должны быть постоянными при температурах определения активности; это означает, что в разных температурных диапазонах активность определяется различными типами дефектов[19].

Каждой скорости нагревания соответствует определенная температура T_{max} , при которой наблюдается максимальная скорость уплотнения. Активированное спекание – это не так просто интенсивная усадка активны порошков, а прежде всего процесса, при котором максимум дефекты структуры порошков реализуется в уплотнении образца (изделия) либо в увеличении межчастичных контактов.

Активирование спекаемого вещества может происходить различными физикомеханическими механическими, физическими и химическими методами.

Механические методы: измельчение порошков в различных аппаратах или их деформация под нагрузкой, например, под воздействием ударных волн. В первом случае активация обусловлена главным образом увеличением поверхности, а во втором – образованием дефектов структуры.

Также активировать процесс, вызывая генерирование точечных дефектов и неустойчивые состояния границ. Кристаллографические превращения активируют только процесс спекания, так как активное состояние, вызванное напряжениями, образующимися дислокациями и другими дефектами структуры возникает только в момент превращения. Высокие давления воздействуют на процесс, изменяя диффузионные и кооперативные перемещения массы.

К химическим методам активирования порошков тугоплавких соединений можно отнести все способы, обеспечивающие получение дисперсных частиц, например, осаждение из растворов, синтез в плазме, синтез нестехиометрических соединений, а к химическим методам активирования процесса спекания – легирование металлами и соединениями, воздействие сублимации газовых сред[20].

1.7 Методы исследования состав материалов

Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) представляет собой тип электронного микроскопа, который создает изображения образца, сканируя поверхность сфокусированным пучком электронов. Электроны взаимодействуют с атомами в образце, создавая различные сигналы, которые содержат информацию о рельефе и составе поверхности образца. Электронный луч сканируется в шаблоне растрового сканирования, а положение луча объединяется с обнаруженным сигналом для создания изображения. SEM может достичь разрешения лучше, чем на 1 нм. Образцы можно наблюдать в высоком вакууме в обычном СЭМ или в условиях низкого вакуума или влажности в переменном давлении или в окружающей среде SEM и в широком диапазоне криогенных или повышенных температур со специальными инструментами. [26]

Наиболее распространенным СЭМ режимом является обнаружение вторичных электронов, испускаемых атомами, возбуждаемыми электронным пучком. Количество вторичных электронов, которое может быть обнаружено, зависит от топографии образца. Сканируя образец и собирая вторичные электроны, которые испускаются с помощью специального детектора, создается изображение, отображающее топографию поверхности.

Чтобы использовать традиционные сканирующие электронные микроскопия, необходимо, эти исследования вынуждено проводятся в высоком вакууме в камере для образца, так как наличие газа в камере приводит к рассеянию и затухания электронного пучка. Поэтому образцы, которые способны проводить газ, пар и так талее подвергаются предварительной сушке или замораживанию. Такие процессы приводят к фазовому переходу, что изменяет оформление образца. С другой стороны, при исследовании диэлектрических веществ электронный пучок приводит к зарядке поверхности образца, для того что бы в свою очередь снижает качество получаемых изображений.



Рисунок 16 – Общий вид цифрового сканирующего электронного микроскопия типа EI Tescnai G² Spirit Twin 120 kV Cryo-TEM

Процесс индуцированного тока в сканирующей электронной микроскопии используется для изучения р-п переходов, дефектов и свойства неосновных носителей в полупроводниках. Суть метода индуцированного тока является создание электронно-дырочных пар в полупроводнике с помощью электронов микроскопа пучка.

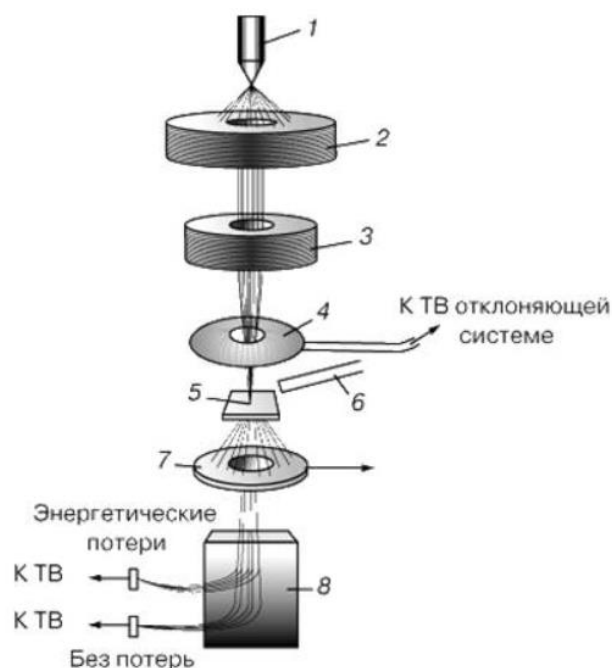


Рисунок 17 –Схема работы растрового электронного микроскопа. 1 – источник электронов; 2 – ускоряющая система; 3 – магнитная линза; 4 – отклоняющие катушки; 5 – образец; 6 – детектор отраженных электронов; 7 – кольцевой детектор; 8 – анализатор.

Обычная СЭМ требует, чтобы образцы отображались под вакуумом, поскольку газовая атмосфера быстро распространяется и ослабляет электронные пучки. Как следствие, образцы, которые производят значительное количество пара, например, мокрые биологические образцы или нефтеносные породы, должны быть либо высушены, либо криогенно заморожены. Процессов, связанных с фазовыми переходами, таких как сушка адгезивов или плавление сплавов, транспортировка жидкости, химические реакции и системы с твердым воздухом-газом, вообще не наблюдается. Однако некоторые наблюдения живых насекомых были возможны.

Первая коммерческая разработка ESEM в конце 1980-х годов позволила наблюдать образцы в газовых средах низкого давления (например, 1-50 торр или 0,1-6,7 кПа) и высокой относительной влажности (до 100%), , Это стало возможным благодаря созданию детектора вторичных электронов, способного работать в присутствии водяного пара и с помощью ограничивающих давление апертур с дифференциальной накачкой на пути

электронного пучка для разделения вакуумной области (вокруг пушки и линз) из камеры пробы.

Первые коммерческие ESEM были выпущены ElectroScan Corporation в США в 1988 году. Electroskan был захвачен компанией Philips (которая позже продала свое подразделение электроники в FEI Company) в 1996 году.

ESEM особенно полезен для неметаллических и биологических материалов, потому что покрытие углеродом или золотом не является необходимым. Незапланированные пластмассы и эластомеры могут быть подвергнуты регулярному исследованию, так как могут быть нанесены необработанные биологические образцы. Покрытие может быть трудно отменить, может скрывать небольшие признаки на поверхности образца и может уменьшить ценность полученных результатов. Рентгеновский анализ затруднен с покрытием из тяжелого металла, поэтому углеродные покрытия обычно используются в обычных СЭМ, но ESEM позволяет выполнять рентгеновский микроанализ на непокрытых непроводящих образцах; однако некоторые специфические для ESEM артефакты вводятся в рентгеновский анализ. ESEM может быть предпочтительным для электронной микроскопии уникальных образцов из криминальных или гражданских действий, где судебный анализ может потребоваться повторить несколькими экспертами.

Можно исследовать образцы в жидкости с помощью ESEM или с помощью других методов жидкостной фазовой электронной микроскопии. [27]

Матричный метод, в котором свободный ZrO_2 считался распределенным в матрице (кубическая фаза), дал приблизительно равные коэффициенты массового поглощения для моноклинной и кубической фаз. Полиморфная техника, в которой кубическая фаза считалась полиморфом ZrO_2 и в которой использовались интегральные интенсивности, дала лучшие результаты.

Поэтому вынужден использовать метод рентгенофазового анализа (РФА), Матричный метод, в котором свободный ZrO_2 считался

распределенным в матрице (кубическая фаза), дал приблизительно равные коэффициенты массового поглощения для моноклинной и кубической фаз. Полиморфная техника, в которой кубическая фаза считалась полиморфом ZrO_2 и в которой использовались интегральные интенсивности, дала лучшие результаты.

Целью рентгенофазового анализа представляется собой идентификация вещества в смеси совокупностью его межплоскостных расстояний (d) и относительных интенсивностей (I) соответствующих линий на рентгенограмме. Для этого, в соответствии с законом Брэгга- Вульфа, необходимо определить углы отражения θ .

Качественный фазовый анализ осуществляется путем сравнения экспериментальных значения межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей с поскольку у каждого вещества есть своя «картина», расположение линий на рентгенограмме. Объектами исследования фазового анализа являются металлы, сплавы, химические соединения, минералы и руды. Используя рентгенофазовый анализ, можно определить фазовый состав неметаллических включений в металлах (например оксиды, , нитриды, карбиды и сульфиды так далее), также распределения легирующих элементов внутри многофазных сплавах. Широко применяется рентгенофазовый анализ объяснение хорошо развитой теорией, простотой непосредственностью получения качественных результатов, получение образцов без нарушения и изменений после исследования[28]

Широко используются самые совершенные способы регистрации (ионизация и сцинтилляция счетчики) и улучшение фотографического метода (монокроматоры) расширили границы чувствительных Фазовый анализ и повышенная надежность в самых сложных случаях.

Порошок также может быть использован для определения параметр решетки. Это возможно для основного кристалла кубические, тетрагональные и гексагональные сингонии и иногда даже в случае более низких сингоний. Еще более ограничено.

Метод порошка в структурном анализе. Исключение простая структура приложения Этот метод оправдан производство монокристаллов, а иногда и для осветления структур.

Несмотря на широкое распространение дифракции рентгеновских лучей лизис в неорганической химии в настоящее время не является преимуществом, программы, подготовленные химиками-неорганическими в фазовый рентгенофазовый анализ. Большинство учебников и арендных ставок Ген-фазовый анализ был написан для металлографии и металлофитов. В руководящих принципах и структурном анализе метода порошка На это мало внимания. И это побудило нас написать учебное пособие Рентгенофазовый анализ для химиков неорганических соединений.

1.8 Трещиностойкость керамики

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

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

Возможно поэтому (если судить по публикациям) технологи часто применяют более простые методы испытаний: метод БЕКВ (табл. 4), упрощенный (трещина заменена пропилом) вариант метода БЕРВ, расчетные формулы для которого взяты из, и метод 1Б (табл. 5), основанный на анализе трещин, образовавшихся при внедрении индентора в полированную поверхность образца. Следует заметить, что, в отличие от случая металлических материалов, результаты исследования трещиностойкости керамики пока еще редко применяются при конструкторских расчетах сопротивления изделий распространению в них опасных трещин, а лишь используются с целью сравнительной численной оценки ее сопротивления разрушению. Иначе говоря, последнее в какой-то степени напоминает эпоху палеолита, когда для изготовления инструментов и оружия приходилось работать с такими хрупкими материалами, как камни.

Таблица 4- Традиционные методы испытания керамики на трещиностойкость

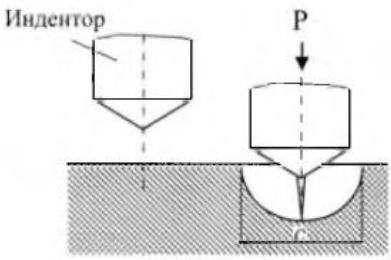
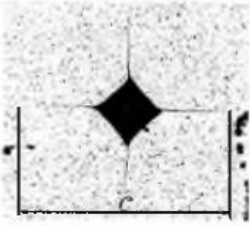
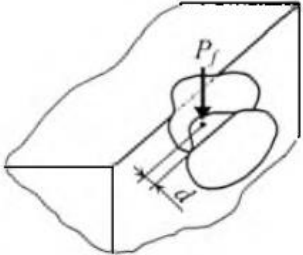

Образец	Концентратор напряжения (этап 1 разрушения)	Характеристика
	<p>SEPB [8] </p> <p>(Single Edge Precracked Beam)</p>	<p>Аналогичный используемому при испытаниях металлов. Точность измерения зависит от структуры материала.</p>
	<p>CNB [8] </p> <p>(Chevron Notched Beam)</p>	<p>При испытаниях регистрируют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

(объединены этапы 2 и 3 разрушения образца)

Таблица 5 -Трехэтапные методы других авторов

Разрушение - локальный процесс, который при испытаниях на трещиностойкость можно условно разделить на три этапа: формирование источника разрушения (концентратора напряжения), зарождение трещины и ее неконтролируемое (или контролируемое) распространение. В соответствии с этим подходом современные методы испытаний на трещиностойкость формально делятся на две группы. К первой относятся двухэтапные методы (табл. 4), согласно которым на образец сначала наносится концентратор напряжения, и только после этого образец разрушается при изгибе.

Вторая группа объединяет трехэтапные методы, основанные на применении индентора и не предполагающие предварительного формирования концентратора напряжения в образце. Эти группы отличаются тем, что для первой из них необходимы образцы определенной формы и размеров, которые не всегда можно изготовить из испытуемого материала. Для второй группы (табл. 5) используются образцы произвольной формы (или керамические изделия), и при этом разрушается небольшой объем материала. При такой неформальной классификации методов следует

Схема метода	Испытанный образец
 <p data-bbox="437 1727 603 1760">Метод IF [6]</p>	 <p data-bbox="995 1704 1230 1738">Керамика LaCoO_3</p>
<p data-bbox="360 1787 683 1821">Скалывание кромки [10]</p> 	 <p data-bbox="868 2051 1358 2085">Диоксидциркониевая керамика Prozyt</p>

обратить внимание на их принципиальные отличия. Вначале рассмотрим методы (табл. 4), которые основываются на представлениях линейной механики разрушения, фактически предполагающей квазихрупкий процесс разрушения материала. В этом случае поверхностная энергия Гриффитса у заменена необратимой энергией диссипации в тонком слое пластических деформаций вблизи поверхности трещины, которая в тысячи раз больше величины γ . Керамика рассматривается как хрупкий материал, который разрушается, не достигая предела текучести, значение которого для нее обычно выше предела прочности.

Такой подход к изучению керамики равнозначен игнорированию всего многообразия ее структуры и деформационного поведения, что может быть причиной недостоверных оценок ее действительного сопротивления разрушению. С представлениями механики разрушения связан также трехэтапный метод 1Б (табл. 5), согласно которому разрушение керамики осуществляется с помощью индентора, т.е. метод в определенной мере близок к использованному в настоящей работе. Этот метод предусматривает не изучение распространяющихся трещин, что характерно для всех других методов испытаний на трещиностойкость, а анализ остановившихся трещин после внедрения индентора Виккерса в поверхность образца. Он применим только тогда, когда четко видны трещины, образовавшиеся у углов отпечатка индентора (табл. 5), что далеко не всегда реально на практике.

2. Экспериментальная часть

2.1 Объект и методы исследования

В данной работе использовали промышленный нанокристаллический оксидный порошок (НП) Al_2O_3 , полученный методом плазмохимического синтеза марки УДПО ВТУ 4-25-90. Размер сфер варьируется в пределах 100-1000 нм, размер кристаллитов, образующих сферу – 50-100 нм.

Для улучшения качества продуктов использовали субмикронные промышленные порошки MgO и TiO_2 как добавки. С целью торможения рекристаллизации корунда при его спекании и сохранения мелкозернистой структуры спеченной керамики добавляли порошок MgO к Al_2O_3 . Для снижения температуры спекания корундовой керамики применяли субмикронный промышленный порошок TiO_2 .

Для получения порошок SiO_2 , в лабораторных условиях было сделано дробление и помоло кварцевого стекла в планетарной мельнице. Фракцию использовали с размером частиц меньше 40 мкм. С целью реализации механизма спекания и получения муллитокорундовой керамики добавляли SiO_2 в порошок Al_2O_3 , в соответствии с диаграммой состояния $SiO_2 - Al_2O_3$, представленной на рисунке 18.

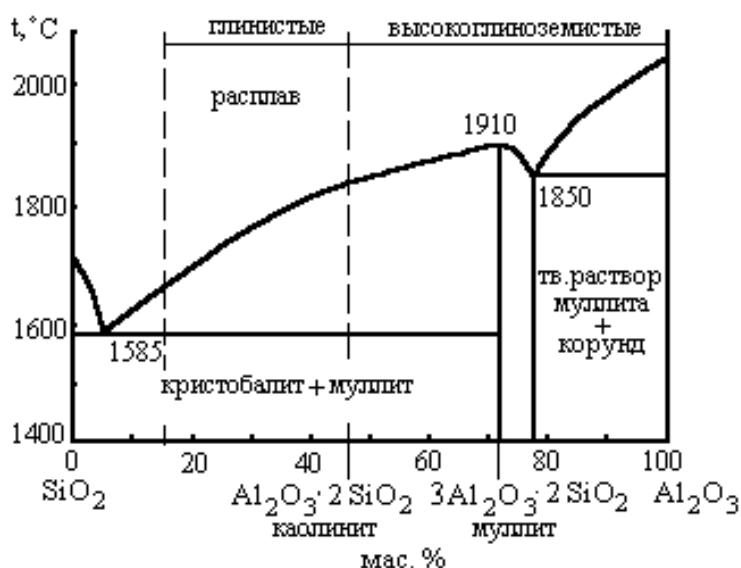


Рисунок 18 – Диаграмма состояния системы $SiO_2 - Al_2O_3$

В атмосфере воздуха отжигали порошок Al_2O_3 в течение одного часа в высокотемпературной печи сопротивления при 1450°C для перевода $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и его получения.

С целью получения порошковых шихт заданных составов, улучшения технологических их характеристик и повышения активности отожженные порошки и добавки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» (рисунок 19) в течение 20 минут при частоте вращения размольных сосудов 20 Гц. Мелющими телами являлись диоксидциркониевые шары. Соотношение масс порошка и шаров составляло 1:3.



Рисунок 19 – Планетарная шаровая мельница «Активатор 2SL»

В результате изготовили 6 партий порошковых смесей, которые указаны в таблице 6.

Таблица 6 – Составы порошковых смесей

№	Содержание, мас. %
1	99,6% Al_2O_3 – 0,4% MgO
2	98,6% Al_2O_3 – 0,4% MgO – 1% TiO_2
3	97,6% Al_2O_3 – 0,4% MgO – 2% TiO_2
4	95,6% Al_2O_3 – 0,4% MgO – 4% TiO_2
5	94,6 % Al_2O_3 – 0,4% MgO – 5% SiO_2
6	89,6 % Al_2O_3 – 0,4% MgO – 10% SiO_2

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

Для получения керамики ALON, было сделаны следующий этап:

1. Сжигание НП Al, при сжигании НП Al в атмосфере воздуха, получается смесь состоящая из Al_2O_3 , AlN, ALON
2. Помол полученного оксинитрида в планетарной мельнице по режиму 20 Гц – 20 мин для повышения эксплуатационного свойства смеси.
3. После помола в планетарной мельнице порошок оксинитрида прессовали методом ГП в графитовой пресс-форме в атмосфере Ar при температуре 1600°C и давлении 35 МПа в течении 15 минут.

Спекание прессовок проводили в высокотемпературной печи сопротивления по режиму, приведенному на рисунке 20.

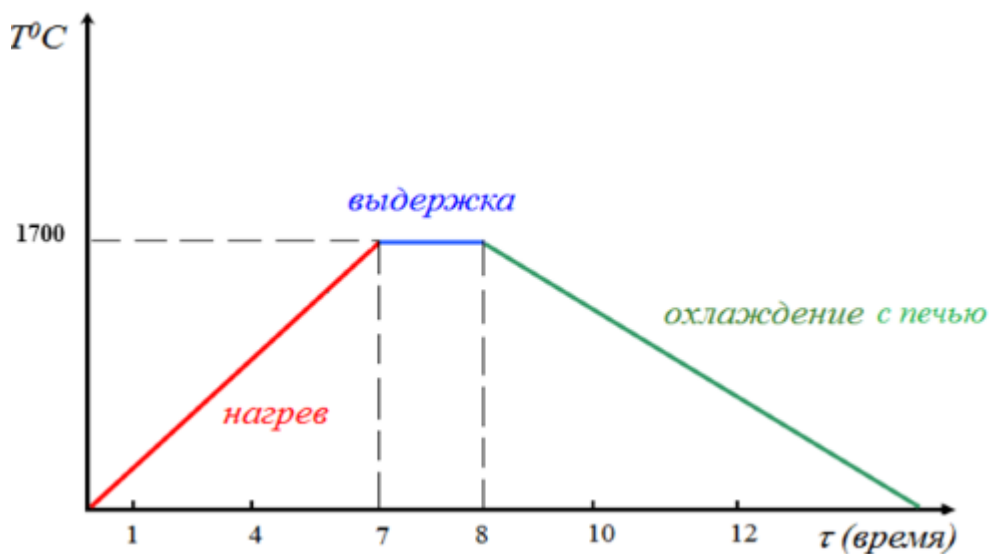


Рисунок 20 – Термический режим спекания керамических прессовок в высокотемпературной печи сопротивления

Плотность спеченных образцов ρ определяли методом гидростатического взвешивания в 96%-ом этиловом спирте ($\rho_{\text{сп}} = 0,807$ г/см³ при 20°C) с погрешностью $\pm 0,001$ г. Также рассчитывали относительную плотность образцов Θ в соответствии с выражением:

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

где ρ_T – теоретическая плотность керамики.

Анализ гранулометрического состава порошков путем непосредственного измерения размеров частиц представляет собой весьма кропотливым и трудоемким методом. В связи с тем что часто используют ускоренный микроскопический метод, так называемый метод «секущих». По этому методу мы можем определить размеры лишь только тех частиц, которые пересекаются линейкой окуляр-микрометра, при этом только линейные размеры «сечения» частицы записываются.

Индентирование осуществляли с помощью прибора Nano Indenter G 200 (рисунок 21). В качестве индентора использовали пирамиду Берковича, нагрузка составляла 500 мН (50 г). Конструкция прибора позволяет выводить диаграмму внедрения индентора на монитор в режиме реального времени. Первичные данные – нагрузка и глубина внедрения пирамиды. По диаграмме внедрения прибор автоматически рассчитывал модуль упругости E_{IT} и микротвердость H_{IT} в соответствии со стандартом ISO 14577.



Рисунок 21 – Nano Indenter G200

Экспериментальная первичная кривая «нагрузка – внедрение» (диаграмма внедрения), непрерывно получаемая в процессе индентирования, показана на рисунке 22. По диаграмме определяются следующие величины: пиковая нагрузка и глубина внедрения индентора P_{\max} и h_{\max} , остаточная глубина после разгрузки h_f , и наклон начальной части кривой разгрузки $S = dP/dh$, который характеризует упругую жесткость контакта. При использовании в качестве индентора трехгранной пирамиды Берковича твердость исследуемой поверхности H определяется по следующей формуле:

$$H = P/A = 0.00387 \times P/h_{\max}^2,$$

где P – нагрузка, прилагаемая к испытываемой поверхности, H , A – площадь отпечатка под нагрузкой, мм^2 , h_{\max} – глубина внедрения индентора, мм .

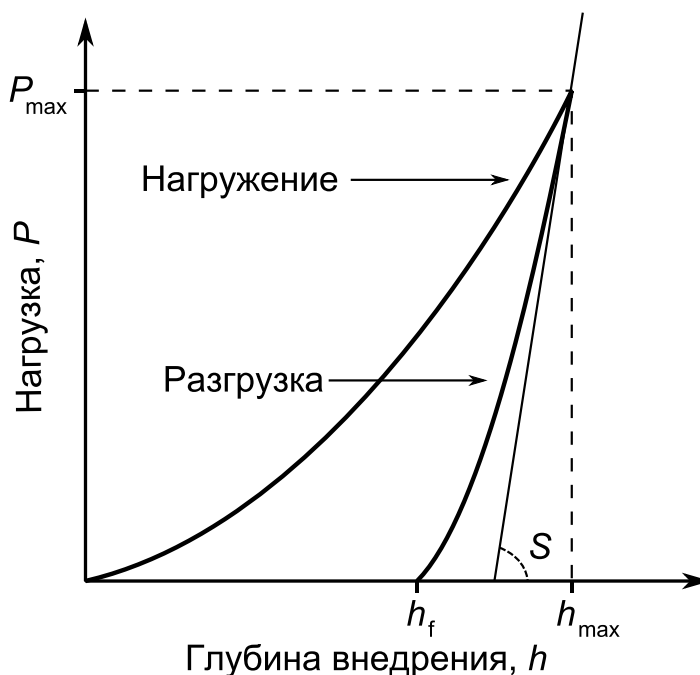


Рисунок 22 – Кривая «нагрузка – внедрение», получаемая в процессе индентирования

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

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

Здесь β является константой, которая зависит от геометрии индентора. Для осесимметричного индентора $\beta=1$, для индентора с квадратным сечением (пирамида Виккерса) $\beta=1,012$, для индентора с треугольным сечением (пирамида Берковича) $\beta=1,034$. Окончательно модуль упругости исследуемого материала E рассчитывается с помощью выражения:

$$\frac{1}{E_i} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$$

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

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

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

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

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

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ6А	Ван Дакунь

Инженерная школа	ИШНПТ	Отделение	ОМ
Уровень образования	Магистр	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. <i>Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	<i>Потенциальные потребители результатов исследования</i>
2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i>	1. <i>Цели и результаты проекта</i> 2. <i>Организационная структура проекта</i> 3. <i>Ограничения и допущения проекта</i> 4. <i>Иерархическая структура работ</i> 5. <i>Календарный план проекта</i> 6. <i>Сетевой график проекта</i>
3. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Бюджет научно – технического исследования (НТИ)</i> 1. <i>Затраты на материалы и покупные изделия</i> 2. <i>Затраты на заработную плату</i> 3. <i>Отчисления в социальные фонды</i> 4. <i>Затраты на электроэнергию</i> 5. <i>Амортизационные отчисления на оборудование</i> 6. <i>Прочие накладные расходы</i>
4. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	<i>Расчет фактической рентабельности проекта</i>

Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей):</i>
1. <i>Потенциальные потребители результатов исследования</i> 2. <i>Иерархическая структура работ</i> 3. <i>Календарный план проведения исследования</i> 4. <i>Сетевой график проведения исследования</i> 5. <i>Бюджет проекта</i>

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Петухов О.Н.	К.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ6А	Ван Дакунь		

3. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В настоящее время перспективность научного исследования определяется не столько масштабом открытия, оценить которое на первых этапах жизненного цикла высокотехнологического и ресурсоэффективного продукта бывает достаточно трудно, сколько коммерческой ценностью разработки. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов. Это важно для разработчиков, которые должны представлять состояние и перспективы проводимых научных исследований.

Необходимо понимать, что коммерческая привлекательность научного исследования определяется не только превышением технических параметров над предыдущими разработками, но и тем, насколько быстро разработчик сумеет найти ответы на такие вопросы – будет ли продукт востребован рынком, какова будет его цена, каков бюджет научного проекта, какой срок потребуется для выхода на рынок и т.д.

Таким образом, целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является проектирование и создание конкурентоспособных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Предпроектный анализ

3.1 Потенциальные потребители результатов исследования

В таблице 13 представлены основные потребители результатов исследований в зависимости от их вида.

Таблица 13 – Классификация потребителей результатов НИР

Вид исследований	Потребители	Цели приобретения
Фундаментальные и поисковые исследования	Государство, общество	Развитие науки, общественный прогресс, пополнение существующей базы знаний, создание заделов для прикладных исследований
Прикладные исследования	Государство, региональные структуры	Удовлетворение общественных нужд (оборона, образование, экология и т.п.), поддержание престижа и авторитета на международном уровне
	Корпорации, промышленные предприятия, фирмы	Разработка новых продуктов, повышение конкурентоспособности, максимизация прибыли
Разработки	Государство, региональные структуры	Обеспечение общественных нужд, поддержание национальных интересов
	Корпорации, промышленные предприятия, средний и малый бизнес	Производство новых продуктов, повышение конкурентоспособности, получение экономического эффекта

Поскольку данная работа относится к фундаментальным, то потребителями являются государство и общество.

3.2 Разработка устава НИР

3.2.1 Цели и результаты проекта

Таблица 14 – Заинтересованные стороны проекта

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

Таблица 15 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе многокомпонентных керамических систем, в срок с сентября 2017 г по июнь 2018 г. Защитить бакалаврскую диссертацию в ТПУ 13.06.2018 г.
Ожидаемые результаты проекта:	Магистерская диссертация
Критерии приемки результата проекта:	Публикации результатов работы в индексируемых отечественных и зарубежных журналах. Участие в конференциях.
Требования к результату проекта:	Требование:
	Успешная защита магистерской диссертации в ТПУ

3.2.2 Организационная структура проекта

Таблица 16 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудовые затраты, час.
1	Матренин Сергей Вениаминович, ТПУ, ИФВТ, ММС, Ст. преп.	Руководитель	Отвечает за реализацию проекта, координирует деятельность участников проекта.	175
3	Ван Дакунь, ТПУ, магистрант	Ответственный исполнитель	Выполняет работы по проекту. Проводит исследования, пишет статьи и магистерскую диссертацию.	550
4	РНФ	Заказчик	Осуществляет укрупненный анализ проекта по показателям сроков, освоению затрат и финансированию. Проводит экспертную оценку результатов проекта.	30
5	ТПУ	Заказчик	Проводит экспертную оценку результатов проекта.	30
ИТОГО:				785

3.2.3 Ограничения и допущения проекта

Таблица 17 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	150000р
3.1.1. Источник финансирования	Российский научный фонд (РНФ)
3.2. Сроки проекта:	Сентябрь 2017 г – июнь 2018 г.
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	23.09.2017
3.2.2. Дата завершения проекта	13.06.2018
3.3. Прочие ограничения и допущения	Ограничение по времени использования научного оборудования (1 раз в месяц на оптическом микроскопе). Ограничение времени работы участников проекта (не более 12 часов в неделю)

3.3 Планирование и график НИР

3.3.1 Иерархическая структура работы



Рисунок 29 – Иерархическая структура НИР

3.3.2 Календарный план проекта

Таблица 18 – Календарный план проекта

Название работ	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников (ФИО ответственных исполнителей)
Получение нанокристаллических оксидных порошков Al_2O_3 , субмикронных промышленных порошков MgO , TiO_2 и порошка SiO_2	10	23.09.2017	03.10.2017	Матренин С. В. (ст.преп.)
Изучение литературы по теме НИР	20	23.09.2017	15.10.2017	Ван Дакунь (сту.)
Составление плана работ	3	23.09.2017	26.09.2017	Матренин С. В. (ст.преп.)
Постановка целей и задач	1	27.10.2017	28.10.2017	Ван Дакунь (сту.), Матренин С. В. (ст.преп.)
Разработка составов смесей из порошков	5	07.11.2017	12.11.2017	Матренин С. В. (ст.преп.)
Отжиг смесей при $1450^\circ C$	2	20.11.2017	22.11.2017	Матренин С. В. (ст.преп.)
Помол в планетарной мельнице	2	02.12.2017	04.12.2017	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Пластифицирование смесей (5 масс. % КМЦ)	2	15.12.2017	17.12.2017	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Прессование при 300 МПа	1	21.12.2017	22.12.2017	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Спекание в печи при $1700^\circ C$, время выдержки 1 час	3	24.12.2017	27.12.2017	Матренин С. В. (ст.преп.), Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Определение плотности образцов после спекания	1	10.01.2018	11.01.2018	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Изготовление микрошлифов спеченных образцов, изучение пористости	3	15.02.2018	18.02.2018	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Наноиндентирование и исследование свойств спеченных образцов	3	01.03.2018	04.03.2018	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)

Определение прочности по результатам, полученным на наноиндентировании	1	05.03.2018	06.03.2018	Ван Дакунь (сту.)
Фазовый анализ спеченных образцов	3	25.04.2018	28.04.2018	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Травление, изучение микроструктуры с помощью оптического микроскопа	3	04.05.2018	07.05.2018	Ван Дакунь (сту.), Ван Ифань (сту.)
Построение графиков, диаграмм, таблиц	1	08.05.2018	09.05.2018	Ван Дакунь (сту.)
Сравнительный анализ изображений	2	09.05.2018	10.05.2018	Ван Дакунь (сту.)
Научное обоснование результатов	6	11.05.2018	17.05.2018	Ван Дакунь (сту.), Матренин С. В. (ст.преп.)
Нахождение взаимосвязей в результатах	3	11.05.2018	14.05.2018	Ван Дакунь (сту.), Матренин С. В. (ст.преп.)
Формулировка выводов	2	15.05.2018	16.05.2018	Матренин С. В. (ст.преп.)
Составление отчета	15	17.05.2018	01.06.2018	Ван Дакунь (сту.)
Защита отчета (ВКР)	1	13.06.2018	13.06.2018	Ван Дакунь (сту.)

3.3.3 Сетевой график выполнения НИР

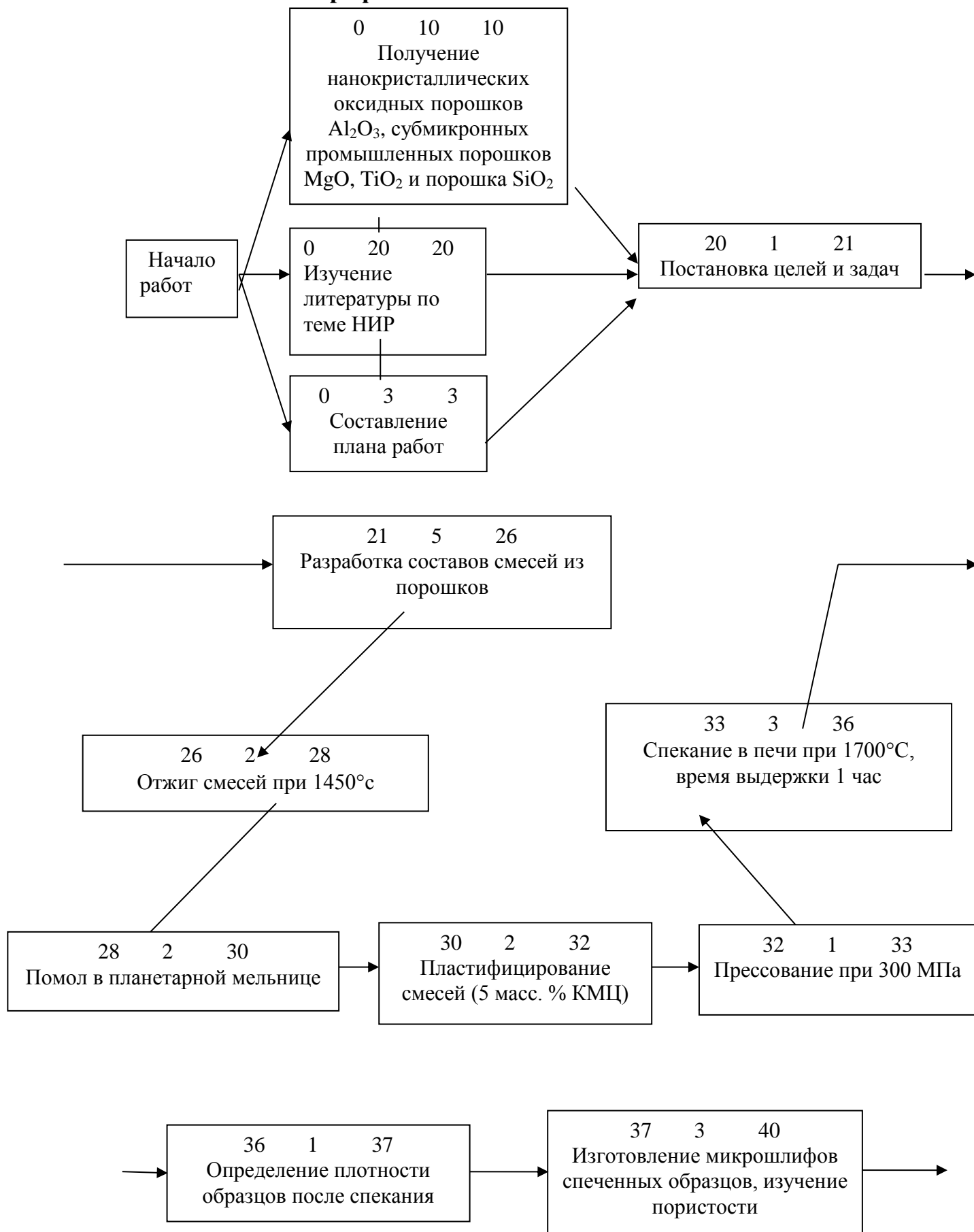




Рисунок 30 – Сетевой план-график выполнения НИР

3.4 Составление сметы затрат

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

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

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

3.4.1 Расчет затрат на материалы

Отражает стоимость материалов с учетом транспортно-заготовительных расходов (1% от стоимости материалов), используемых при разработке программного обеспечения.

Таблица 19 – Расходные материалы

Наименование материалов	Цена ед., (руб.)	Количество	Сумма, (руб.)
Порошки в ассортименте	500	500 гр.	500
Флеш-карта 4 GB	300	1 шт.	300
Бумага формата А4	180	1 пач.	180
Картридж для принтера	500	1 шт.	500
Канцтовары	30	1 шт.	30
Тетрадь	20	1 шт.	20
Итого			1530

Согласно таблице 7 расход на материалы составляет $C_{\text{мат}}=500+300+180+500+30+20=1530$ рублей.

3.4.2 Расчет заработной платы

Расчет основной заработной платы

Под основной заработной платой понимаем заработную плату руководителя и стипендию студента. Размер основной заработной платы устанавливается, исходя из численности исполнителей, трудоемкости и средней заработной платы за один рабочий день. Месячный оклад руководителя составляет 20000 руб., студента – 3000 руб.

Средняя заработная плата рассчитывается следующим образом:

$$\text{Дневная з/плата} = \text{Месячный оклад} / 22 \text{ день}, \quad (4.1)$$

Соответственно дневной оклад руководителя равен 909,09 руб., а студента – 136,36 руб.

Таблица 20 – Затраты на основную заработную плату

Исполнители	Оклад	Среднедневная ставка, руб/день	Затраты времени, дни	Фонд з/пл, руб.
Руководитель	20000	909,09	55	50000
Студент	3000	136,36	75	10227
Итого				60227

Основная заработная плата $C_{\text{осн}}$ будет равна 60227 руб.

3.4.3 Расчет отчислений от заработной платы

Затраты по этой статье составляют отчисления по единому социальному налогу (ЕСН).

Отчисления от заработной платы определяются по следующей формуле:

$$C_{\text{соцф}} = K_{\text{соцф}} * C_{\text{осн}}, \quad (4.2)$$

где $K_{\text{соцф}}$ - коэффициент, учитывающий размер отчислений из заработной платы, он включает в себя:

- 1) отчисления в пенсионный фонд;
- 2) на социальное страхование;
- 3) на медицинское страхование,

и составляет 26% от затрат на заработную плату.

$$C_{\text{соцф}} = 0,26 * 60227 = 15659 \text{ руб.}$$

3.4.4 Расчет затрат на электроэнергию

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

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

$$\mathcal{E}_{об} = P_{об} \cdot C_э \cdot t_{об}, \quad (4.3)$$

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

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

$C_э$ – тарифная цена за 1кВт·час, $C_э = 2,6$ руб.;

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

Мощность, потребляемая оборудованием, определяется по формуле:

$$P_{об} = P_{уст. об} \cdot K_c, \quad (4.4)$$

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

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

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

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 21.

Таблица 21 – Затраты на электроэнергию для технологических целей

Наименование оборудования	Время работы оборудования, час, $t_{об}$	Потребляемая мощность, $P_{об}$, кВт	Потреблен ие	Затраты, $\mathcal{E}_{об}$, руб.
Персональный компьютер	100	0,3	30	78
Планетарная мельница	5	2	10	26
Печь	5	5	25	65
Вибросито	4	1	4	10,4
Пресс	2	7	14	36,4
Устройство	1	10	10	26

ИПС				
Наноиндентер	3	1	3	7,8
Итого	249,6			

Затраты на электроэнергию, для освещения помещения, где разрабатывается проект, рассчитывают по формуле:

$$\mathcal{E}_{oc} = P_{об} \cdot C_э \cdot t_{об} \quad (4.5)$$

где \mathcal{E}_{oc} – затраты на электроэнергию, для освещения, руб.;

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

$C_э$ – тарифная цена за 1кВт·час, $C_э = 2,6$ руб.;

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

Мощность, потребляемая освещением, определяется по формуле:

$$P_{oc} = P_{уст. oc} \cdot K_c \cdot N_{св}, \quad (4.6)$$

где P_{oc} – мощность, потребляемая освещением, кВт;

$P_{уст. oc}$ – установленная мощность светильников, $P_{уст. oc} = 0,08$ кВт;

K_c – коэффициент спроса, зависит от количества, загрузки, групп электроприемников, для внутреннего освещения, $K_c = 0,9$;

$N_{св}$ – количество светильников, $N_{св} = 2$ шт.;

$$P_{oc} = 0,08 \cdot 0,9 \cdot 2 = 0,14 \text{ кВт},$$

Время работы освещения t_{oc} определяется по формуле:

$$t_{oc} = t_{сут} \cdot T, \quad (4.7)$$

где t_{oc} – время работы освещения, час;

$t_{сут}$ – длительность работы освещения за смену, час;

T – время, затраченное на проведение работ, $T = 75$ дней.

$$t_{oc} = 6 \cdot 75 = 450 \text{ час}.$$

Общие затраты на электроэнергию определяются по формуле:

$$\mathcal{E} = \mathcal{E}_{об} + \mathcal{E}_{oc}, \quad (4.8)$$

где \mathcal{E} – затраты на электроэнергию, руб.;

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

\mathcal{E}_{oc} – затраты на электроэнергию, затраченную на освещение, руб.

$$\mathcal{E}_{oc} = 0,14 \cdot 2,6 \cdot 450 = 163,8 \text{ руб}.$$

$$\mathcal{E} = 249,6 + 163,8 = 413,4 \text{ руб}.$$

3.4.5 Расчет амортизационных расходов

В статье амортизационные отчисления от используемого оборудования рассчитывается амортизация за время выполнения работы для оборудования, которое имеется в наличии.

Амортизационные отчисления рассчитываются на время использования по формуле:

$$C_{\text{ам}} = \frac{N_{\text{а}} * C_{\text{об}}}{F_{\text{д}}} * t_{\text{рм}}, \quad (4.9)$$

где $N_{\text{а}}$ - годовая норма амортизации, $N_{\text{а}} = 25\%$;

$C_{\text{об}}$ - цена оборудования, $C_{\text{об}} = 3\,000\,000$ руб.;

$F_{\text{д}}$ - действительный годовой фонд рабочего времени, $F_{\text{д}}=200$ часов;

$t_{\text{рм}}$ - время работы, $t_{\text{рм}} = 18$ часов.

$C_{\text{ам}} = (0,25 * 3\,000\,000 * 18) / 300 = 45\,000$ рублей

3.4.5 Расчет общей себестоимости разработки

Проведя расчет сметы затрат на разработку, можно определить общую стоимость разработки проекта АСУ ТП.

Таблица 22 – Смета затрат на разработку проекта.

№	Статья затрат	Условное обозначение	Сумма, руб.
1	Материалы и покупные изделия	$C_{\text{мат}}$	1530
2	Основная заработная плата	$C_{\text{оснз/п}}$	60227
3	Отчисления в социальные фонды	$C_{\text{соцф}}$	15659
4	Расходы на электроэнергию	Э	413
5	Амортизационные отчисления	$C_{\text{ам}}$	45500
Итого			122829

Таким образом, расходы на данную разработку составляют 122829 рублей.

3.5 Эффективность работы

Оценка научно-технического уровня НИР

Важнейшим результатом проведения НИР является его научно-технический уровень, который характеризует, в какой мере выполнены работы и обеспечивается ли научно-технический прогресс в данной области. В последнее время для оценки научной ценности, технической значимости и эффективности, планируемых и выполняемых НИР, получил распространение метод бальных оценок. Бальная оценка заключается в том, что каждому фактору по принятой шкале присваивается определенное количество баллов. Обобщенную оценку проводят по сумме баллов по всем показателям или рассчитывают по формуле. На этой основе делается вывод о целесообразности НИР. Сущность метода заключается в том, что на основе оценок признаков работы определяется коэффициент ее научно-технического уровня по формуле:

$$N_T = \sum_{i=1}^3 R_i \cdot n_i \quad (5.1)$$

где N_T — показатель научно-технического уровня, определенный по трем признакам;

R_i — весовой коэффициент i -го признака научно-технического эффекта;

n_i — количественная оценка i -го признака научно-технического эффекта, в баллах (Таблица 18, Таблица 19)

Таблица 23 – Весовые коэффициенты признаков НТУ

Признак НТУ	Примерное значение весового коэффициента
1. Уровень новизны	0,5
2. Теоретический уровень	0,3
3. Возможность реализации	0,2

Таблица 24 – Баллы для оценки уровня новизны

Уровень новизны	Характеристика уровня новизны	Баллы
Принципиально новая	Новое направление в науке и технике, новые факты и закономерности, новая теория, вещество, способ	8-10
Новая	По-новому объясняются те же факты, закономерности, новые понятия, дополняют ранее полученные результаты	5-7

Относительно новая	Систематизируются, обобщаются имеющиеся сведения, новые связи между известными факторами	2-4
Не обладает новизной	Результат, который ранее был известен	0

Таблица 25 – Баллы значимости теоретических уровней

Теоретический уровень полученных результатов	Баллы
1. Установка закона, разработка новой теории	10
2. Глубокая разработка проблемы, многоспектральный анализ, взаимодействия между факторами с наличием объяснений	8
3. Разработка способа (алгоритм, программа и т. д.)	6
4. Элементарный анализ связей между фактами (наличие гипотезы, объяснения версии, практических рекомендаций)	2
5. Описание отдельных элементарных факторов, изложение наблюдений, опыта, результатов измерений	0,5

Таблица 26 – Возможность реализации научных, теоретических результатов по времени и масштабам

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

Примечание: баллы по параметрам времени и масштабам реализации при расчете складываются.

Результаты оценок признаков отображены в Таблица 27.

Таблица 27 – Количественная оценка признаков НИОКР

Признак научно-технического эффекта НИР	Характеристика признака НИОКР	K_i	P_i
1. Уровень новизны	По-новому объясняются те же факты, закономерности, новые	0,5	6

	понятия, дополняют ранее полученные результаты		
2.Теоретический уровень	Разработка способа (алгоритм, программа мероприятий, устройство, вещество и т.п.)	0,3	6
3.Возможность реализации	Время реализации в течение первых лет	0,2	10
	Масштабы реализации - одно или несколько предприятий	0,2	2

Используя исходные данные по основным признакам научно-технической эффективности НИОКР, определяем показатель научно-технического уровня:

Таблица 28 – Показатель научно-технического уровня

Уровень НТЭ	Показатель НТЭ
Низкий	1 - 4
Средний	4 - 7
Сравнительно высокий	7 - 10
Высокий	10 - 13

$$H_m = 0.5 \cdot 6 + 0$$

Таким образом, исследование

имеет сравнительно высокий уровень НТУ, равный 7.2.

Таблица 29 – Сводная таблица оценки научно-технического уровня НИР

Фактор НТУ	Значимость	Уровень фактора	Выбранный балл	Обоснование выбранного балла
Новизна полученных результатов	0,5	Новая	6	Реализация метода новым способом
Теоретический уровень	0,3	Разработка способа	6	Реализация программного блока
Возможность реализации	0,2	В течение первых лет	10	Быстрое нахождение применения

В целом по главе можно сделать следующие выводы:

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

2) Рассчитана смета затрат на разработку проекта. Расходы на данную разработку составляют 122829 рублей.

3) Учитывая, что размер гранта составляет 150000р, фактическая рентабельность НИР $P_{\phi} = (150000 - 122829) \cdot 100 / 122829 = 22,12 \%$

4) Получена оценка научно-технического уровня разработки. Научно-технический уровень данной разработки соответствует сравнительно высокому уровню.

Список публикаций

Полученные результаты научно-исследовательской работы были представлены на всероссийской и международной научно-технической конференциях, опубликованы в следующих работах:

Ван Дакунь. Исследование механических свойств корундовой и муллито- корундовой керамики / Ван Дакунь, Ван Ифань, С. В. Матренин ; науч. рук. С. В. Матренин // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2017) : сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 27–29 ноября 2017 г. — Томск : Изд-во ТПУ, 2017. — [С. 33-34].

Ван Ифань. Исследование структуры и физико-механических свойств керамики на основе ZrO_2 И Al_2O_3 / Ван Ифань, Ван Дакунь ; науч. рук. С. В. Матренин // 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 : СТТ, 2016. — [С. 56-57].

Ван Ифань. Исследование физико-механических свойств керамики на основе диоксида циркония / Ван Ифань, Ван Дакунь, С. В. Матренин ; науч. рук. С. В. Матренин // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2017) : сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 27–29 ноября 2017 г. — Томск : Изд-во ТПУ, 2017. — [С. 35-36].