

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий

Направление подготовки (специальность) Материаловедение и технологии материалов

Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

### БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
<b>Влияние фторида лития на светопропускание оптически прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония</b>

УДК: 546.161'34:666.3:535.345

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Ли Шухуэй		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОМ ИШНПТ	Хасанов О.Л.	д.т.н.		

#### КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Былкова Т. В.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

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

#### ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения материаловедения	Ваулина О.Ю.	к.т.н.		

**Результаты обучения по направлению**  
**22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»**

Код компетенции СУОС	Наименование компетенции СУОС
<b>Универсальные компетенции</b>	
УК(У)-1	Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач
УК(У)-2	Способен определять круг задач в рамках поставленной цели и выбирать оптимальные способы их решения, исходя из действующих правовых норм, имеющихся ресурсов и ограничений
УК(У)-3	Способен осуществлять социальное взаимодействие и реализовывать свою роль в команде
УК(У)-4	Способен осуществлять деловую коммуникацию в устной и письменной формах на государственном языке Российской Федерации и иностранном(-ых) языке(-ах)
УК(У)-5	Способен воспринимать межкультурное разнообразие общества в социально-историческом, этическом и философском контекстах
УК(У)-6	Способен управлять своим временем, выстраивать и реализовывать траекторию саморазвития на основе принципов образования в течение всей жизни
УК(У)-7	Способен поддерживать должный уровень физической подготовленности для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности
УК(У)-8	Способен создавать и поддерживать безопасные условия жизнедеятельности, в том числе при возникновении чрезвычайных ситуаций
<b>Общепрофессиональные компетенции</b>	
ОПК(У)-1	Способен решать стандартные задачи профессиональной деятельности на основе информационной и библиографической культуры с применением информационно-коммуникационных технологий и с учетом основных требований информационной безопасности
ОПК(У)-2	Способен использовать в профессиональной деятельности знания о подходах и методах получения результатов в теоретических и экспериментальных исследованиях
ОПК(У)-3	Готов применять фундаментальные математические, естественнонаучные и общинженерные знания в профессиональной деятельности
ОПК(У)-4	Способен сочетать теорию и практику для решения инженерных задач
ОПК(У)-5	Способен применять в практической деятельности принципы рационального использования природных ресурсов и защиты окружающей среды
<b>Профессиональные компетенции</b>	
ПК(У)-1	Способен использовать современные информационно-коммуникационные технологии, глобальные информационные ресурсы в научно-исследовательской и расчетно-аналитической деятельности в области материаловедения и технологии материалов
ПК(У)-2	Способен осуществлять сбор данных, изучать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию по тематике исследования, разработке и использованию технической документации, основным нормативным документам по вопросам интеллектуальной собственности, подготовке документов к патентованию, оформлению ноу-хау
ПК(У)-3	Готов использовать методы моделирования при прогнозировании и оптимизации технологических процессов и свойств материалов, стандартизации и сертификации материалов и процессов
ПК(У)-4	Способен использовать в исследованиях и расчетах знания о методах исследования, анализа, диагностики и моделирования свойств веществ (материалов), физических и химических процессах, протекающих в материалах при их получении, обработке и модификации
ПК(У)-5	Готов выполнять комплексные исследования и испытания при изучении материалов и изделий, включая стандартные и сертификационные, процессов их производства, обработки и модификации
ПК(У)-6	Способен использовать на практике современные представления о влиянии микро- и нано- структуры на свойства материалов, их взаимодействии с окружающей средой, полями, частицами и излучениями

<b>ПК(У)-7</b>	Способен выбирать и применять соответствующие методы моделирования физических, химических и технологических процессов
<b>ПК(У)-8</b>	Готов исполнять основные требования делопроизводства применительно к записям и протоколам; оформлять проектную и рабочую техническую документацию в соответствии с нормативными документами
<b>ПК(У)-9</b>	Готов участвовать в разработке технологических процессов производства и обработки покрытий, материалов и изделий из них, систем управления технологическими процессами
<b>Профессиональные компетенции университета</b>	
<b>ДПК (У)-1</b>	Способен применять знания об основных типах современных неорганических и органических материалов, принципах выбора материалов для заданных условий эксплуатации с учетом требований технологичности, экономичности, надежности и долговечности, экологических последствий их применения при проектировании высокотехнологичных процессов
<b>ДПК (У)-2</b>	Готов реализовывать технологии производства объемных наноматериалов и изделий на их основе, включая технологии получения и предварительной подготовки сырья

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

Школа – Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки – 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»  
 Отделение (НОЦ) – Отделение материаловедения

УТВЕРЖДЮ:  
 Руководитель ООП  
О.Ю. Ваулина  
 « 26 » апреля 2021 г.

### ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работы

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Ли Шухуэй

Тема работы:

Влияние фторида лития на светопропускание оптически прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония

Утверждена приказом директора ИШНПТ	Приказ №57-53/с от 26.02.220
-------------------------------------	------------------------------

Срок сдачи студентом выполненной работы:	10.06.2021г.
--	--------------

#### ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Целью работы является изготовление прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония методом электроимпульсного плазменного спекания. Изучение влияния фторида лития на оптические свойства полученной керамики; на процессы электроимпульсного плазменного спекания.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Изготовление методом электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе кубического диоксида циркония стабилизированного оксидом иттрия (YSZ) с различной концентрацией фторида лития. Расчет относительной плотности полученных керамических образцов. Анализ данных, полученных в процессе спекания установкой SPS-515S. Исследование оптических свойств полученных материалов на основе YSZ. Анализ социальной ответственности и финансового

	менеджмента, ресурсоэффективности и ресурсосбережению.
Перечень графического материала	График, рисунок, таблицы применяемых в работе
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Былкова Т. В.
Социальная ответственность	Сечин А.А.

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	13.04.2021 г.
--	---------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОМ	Хасанов О.Л.	д.т.н.		13.04.2021 г.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Ли Шухуэй		13.04.2021 г.

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Ли Шухуэй

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	Бакалавриат	Направление	22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

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

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

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

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	1. Проведение сегментации рынка, выполнение анализа конкурентных технических решений, выполнение SWOT-анализа, определение альтернатив выполнения НИ
2. Планирование и формирование бюджета научных исследований	2. Расчет бюджета научного исследования
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	3. Оценка сравнительной эффективности вариантов исследования, выбор оптимального варианта

### Перечень графического материала

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. Альтернативы проведения НИ
4. График проведения и бюджет НИ
5. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	01.02.2021 г.
--	---------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Былкова Татьяна Васильевна	К. Э. Н.		01.02.2021 г.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Ли Шухуэй		

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Ли Шухуэй

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	Бакалавриат	Направление	22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

Тема ВКР:

Влияние фторида лития на светопропускание оптически прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония

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

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект: наночастицы оксида железа Область применения: «мокрые» методы диагностики наночастиц
--	---

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<b>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	Трудовой кодекс Российской Федерации ГОСТ 12.2.032-78. ССБТ ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ
<b>2. Производственная безопасность:</b> 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	1. Отклонение показателей микроклимата. 2. Превышение уровня шума. 3. Недостаточная освещенность рабочей зоны. 4. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека
<b>3. Экологическая безопасность:</b>	Анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы). Анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы).
<b>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b>	Авария, взрыв, пожар

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	13.04.2020 г.
--	---------------

Задание выдал консультант:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Ли Шухуэй		

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

Школа – Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки – 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»  
 Отделение (НОЦ) – Отделение материаловедения  
 Уровень образования – Бакалавриат  
 Период выполнения – Осенний, весенний семестры 2020/2021 учебного года

Форма представления работы:

бакалаврская работа
---------------------

### КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН

выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	06.06.2021 г.
--	---------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
30.03.2020	1. Литературный обзор	20
15.04.2020	2. Экспериментальная часть	20
15.05.2020	3. Обсуждение результатов и оформление работы	35
10.05.2020	Финансовый менеджмент	15
10.05.2020	Социальная ответственность	10

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОМ	Хасанов О.Л.	д.т.н.		06.06.2020

СОГЛАСОВАНО:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения материаловедения	Ваулина О.Ю.	к.т.н.		06.06.2020

## Реферат

Выпускная квалификационная работа: 65 с., 10 рис., 25 табл., 53 источников.

Ключевые слова: светопропускающая керамика, электроимпульсное плазменное спекание, нанопорошок иттрий-стабилизированного диоксида циркония TZ-10YS, фторид лития.

Объектом исследования являются образцы прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония с добавкой фторида лития в различной концентрации.

Цель работы – изготовление светопропускающей керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония с добавлением фторида лития методом электроимпульсного плазменного спекания. Изучение влияния фторида лития на оптических свойства и процессы электроимпульсного плазменного спекания полученной керамики.

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

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

## Содержание

<b>Введение .....</b>	<b>11</b>
<b>1. Современное состояние технологии производства прозрачной керамики на основе диоксида циркония.....</b>	<b>13</b>
1.1 Физико-химические свойства диоксида циркония.....	13
1.2 Физико-химические свойства фторида лития.....	14
1.3 Светопрopusкающая керамика и области её применения .....	15
1.4 Современные методы получения прозрачных керамик на основе оксида циркония.....	16
<b>2. Материалы, оборудование и методики экспериментов .....</b>	<b>21</b>
2.1 Материалы для исследования .....	21
2.2 Электроимпульсное плазменное спекание.....	21
2.3 Рентгенофазовый анализ .....	23
2.4 Определение плотности.....	24
2.5 Спектрофотометрия .....	24
<b>3. Экспериментальная часть.....</b>	<b>26</b>
<b>4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....</b>	<b>31</b>
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	31
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	34
4.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования ..	40
<b>5. Социальная ответственность .....</b>	<b>44</b>
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	44
5.2 Производственная безопасность.....	45
5.3 Экологическая безопасность.....	52
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	53
<b>Заключение.....</b>	<b>56</b>
<b>Список литературы .....</b>	<b>57</b>
<b>Приложение.....</b>	<b>62</b>

## Введение

В последнее время возрастает интерес к прозрачной керамике. Многие керамические материалы, как кристаллические, так и стеклообразные, нашли свое применение в оптических изделиях различного назначения: лазерная техника и прозрачная броня, квантовая оптика, приборы ночного видения и носовые обтекатели для ракет с тепловым наведением [1].

Диоксид циркония является перспективным оптическим материалом благодаря комбинации оптических и механических свойств, химической стабильности, высокой термомеханической стойкости, высокому коэффициенту теплового расширения, оптической прозрачности, низкой теплопроводности [2-5]. Энергия фононов в диоксиде циркония мала (около  $470 \text{ см}^{-1}$ ), что открывает возможность достижения высокой эффективности люминесценции активных ионов, внедренных в матрицу  $\text{ZrO}_2$  [6]. Некоторые материалы на основе  $\text{ZrO}_2$ , активированные редкоземельными ионами редкоземельных элементов ( $\text{Eu}$  [7],  $\text{ZrO}_2: \text{Tb}$  [8],  $\text{ZrO}_2: \text{Tm}$  [9],  $\text{ZrO}_2: \text{Sm}$  [10],  $\text{ZrO}_2: \text{Er}$  [11]), могут демонстрировать особые оптико-люминесцентные свойства. Они могут быть использованы в качестве оптических окон, усилителей, лазеров и дисплеев.

Фторид лития ( $\text{LiF}$ ) известный оптический материал, который обладает высокой прозрачностью в широком диапазоне длин волн. Он чувствителен к ионизирующему излучению и тепловым нагрузкам и может быть использован в качестве спекающей добавки при изготовлении прозрачных керамических материалов [12].

Электроимпульсная плазменная спекания (SPS, от англ. Spark plasma sintering) можно рассматривать как перспективный метод спекания прозрачной керамики на основе  $\text{ZrO}_2$ , благодаря высокой скорости процесса и возможности сохранения размеров зёрен керамики на уровне исходных порошков.

Актуальным, в последние годы, представляется задача регулирования оптических характеристик прозрачной керамики различными способами, весьма перспективным среди которых представляется введение добавок.

В связи с этим в выпускной квалификационной работе выполнено

исследование влияние фторида лития на оптические свойства прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония, изготовленного методом электроимпульсного плазменного спекания.

# 1. Современное состояние технологии производства прозрачной керамики на основе диоксида циркония

## 1.1 Физико-химические свойства диоксида циркония

Диоксид циркония обладает полиморфизмом, имеет три модификации – моноклинная ( $m\text{-ZrO}_2$ ), тетрагональная ( $t\text{-ZrO}_2$ ) и кубическая ( $c\text{-ZrO}_2$ ) (рисунок 1). Диоксид циркония без добавок существует только в виде  $m\text{-ZrO}_2$  при комнатной температуре, при повышении температуры до  $1170\text{ }^\circ\text{C}$  он превращается в тетрагональный, а при температурах выше  $2370\text{ }^\circ\text{C}$  - в кубический [13, 14].  $\text{ZrO}_2$  энантиотропен и имеет обратимый фазовый переход в определенном диапазоне температур. Процесс фазового перехода сопровождается изменением объема. Кубический  $\text{ZrO}_2$  относится к структуре типа флюорита,  $\text{Zr}^{4+}$  образует гранецентрированную кубическую решетку,  $\text{O}^{2-}$  занимает 8 тетраэдрических промежутков решетки, образуя координационную структуру  $\text{Zr-O}_8$ , а расстояние между  $\text{Zr}^{4+}$  и  $8\text{O}^{2-}$  одинаково.

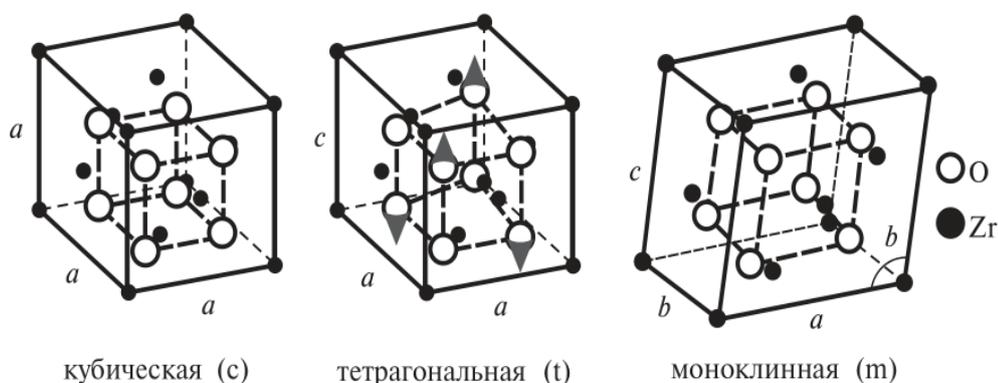


Рисунок 1 - Полиморфные состояния  $\text{ZrO}_2$ : c — кубическая фаза, t — тетрагональная фаза, m — моноклинная фаза

Керамика на основе  $\text{ZrO}_2$  является широко распространенным конструкционным и функциональным материалом. Её температура плавления составляет  $2715\text{ }^\circ\text{C}$  и обладает такими преимуществами, как низкая теплопроводность, износостойкость и коррозионная стойкость. Поскольку при тетрагонально-моноклинный переход сопровождается изменением объема, то существует вероятность растрескивания изделий. Это ограничивает его

применение в высокотемпературных областях. Использование  $Y_2O_3$  для стабилизации кубической или тетрагональной фазы позволяет избежать этого. Ионы  $Y^{3+}$  заменяют  $Zr^{4+}$ .

Таблица 1 - Параметры решеток трех кристаллических структур  $ZrO_2$

Кристаллическая структура	a (нм)	b (нм)	c (нм)	$\beta$
m- $ZrO_2$	0.5151	0.5203	0.5316	90°14'
t - $ZrO_2$	0.5073	0.5073	0.5088	90
c - $ZrO_2$	0.5117	0.5117	0.5117	90

Характеристика керамики на основе  $ZrO_2$  представлены в таблице 2.

Таблица 2 - Характеристика керамики на основе  $ZrO_2$

Тип решетки	Плотность (г/см <sup>3</sup> )	Плавление (°C)	Модуль упругости (ГПа)	Твердость по Виккерсу (ГПа)	Прочность на изгиб (МПа)	Коэффициент теплового расширения - 800 °C $\alpha_L \cdot 10^{-6}$
m- $ZrO_2$	5,89	2715	220	13,9	170	9,6
t - $ZrO_2$	6,06	2715	220	13,9	800-1100	10,5
c - $ZrO_2$	5,98	2715	220	13,5	300	7,3

## 1.2 Физико-химические свойства фторида лития

Фторид лития – химическое соединение лития и фтора с формулой LiF. При нормальных условиях представляет собой белый порошок или прозрачный бесцветный кристалл, пространственная группа – кубическая ( $Fm-3m$ ), параметры кристаллической решетки  $a = 0,40279$  нм,  $Z = 4$ . Растворяется в азотной и плавиковой кислоте. Он плохо растворяется в воде (0,120 г/100 мл при 0 °C), при повышении температуры растворимость несколько повышается. Его плотность составляет 3,95 г/см<sup>3</sup> [15].

Фторид лития прозрачен для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн (от ультрафиолетовой до инфракрасной области спектра - 0, 12...6 мкм), поэтому он используется в ультрафиолетовой (в том числе в области вакуумного ультрафиолета) и инфракрасной оптике. Кроме того, он используется для измерения доз облучения методом термолюминесцентной дозиметрии. Монокристаллы фторида лития используются для рентгеновских

монохроматоров и для изготовления высокоэффективных (КПД 80 %) лазеров [16].

### **1.3 Светопропускающая керамика и области её применения**

В последние годы оптоэлектронные технологии и информационная промышленность быстро развивается. Появляются новые, более высокие требования к материалам. Благодаря постоянным инновациям и развитию передовых методов изготовления неорганических материалов стало возможным получение прозрачной керамики.

Впервые прозрачная керамика из оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ) «Lucalox» была изготовлена в 1959 году Коблом из компании General Electric (США) [17]. Это изменило традиционное представление о том, что керамические материалы не могут быть прозрачными.

Однако отсутствие точного определения термина «прозрачная» керамика вплоть до настоящего времени. Японские ученые этим термином определяют материал, полученный спеканием из неорганических порошков и обладающий такой таким светопропусканием, при котором через неполированную пластинку толщиной в 1мм, лежащую на листе бумаги с текстом, можно читать буквы. Это соответствует величине светопропускания более 40 %. Ряд других ученых предпочитают отдавать термину «светопропускающая» керамика. Керамика, пропускающая световые лучи, приобретает все большее значение в светотехнике, оптике, специальном приборостроении, радиоэлектронике, а также в высокотемпературной технике [18].

Прозрачная керамика используется в качестве функциональных материалов оптического назначения. Она имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционно используемыми материалами (монокристаллы и стекла): высокие механические и физико-химические свойства, низкую стоимость производства, возможность производства изделий сложной формы и масштабирование [19].

Области применения прозрачных керамических материалов определяются

не только их светопропусканием, но и всем комплексом других эксплуатационных свойств. Они применяются в лазерной технике, в качестве рабочего тела накачки, в оборонной промышленности в качестве элементов прозрачной брони, обтекателей ракет, в приборах ночного видения, в источниках света в качестве люминесцентных материалов и оболочек люминесцентных ламп, в инструментальной оптике (линзы, детекторы, фильтры, лазерах и т. д.) и квантовой электронике[20].

#### **1.4 Современные методы получения прозрачных керамик на основе оксида циркония**

В последнее десятилетие прозрачная керамика на основе  $ZrO_2$  вызывает большой интерес для исследователей. Диоксид циркония, стабилизированный оксидом иттрия в кубической модификации в литературе принято называть иттрий-стабилизированным диоксидом циркония (YSZ, с англ. Yttria-stabilized zirconia). Он обладает как высокой механической прочностью, так и хорошими оптическими характеристиками [21-31]. Показатель преломления YSZ составляет 2,2.

В работе [21], показано, что полупрозрачная керамика на основе кубического  $ZrO_2$  была получена методом горячего прессования. Коммерческий порошок прессовали и спекания под давлением 0,5–30 ГПа и температурой 1300–1750 °С соответственно, нагревание и охлаждение осуществляли со скоростью 1000 °С/ч. и 500 °С/ч соответственно. В качестве стабилизатора использовали оксида иттрия и кальция. Светопропускание полученной керамики составило 12%.

В другом исследовании [22] полупрозрачная керамика на основе  $ZrO_2$  стабилизированного 6 мол.%  $Y_2O_3$  была изготовлена методом свободного спекания. Субмикронный порошок диоксида циркония с высокой удельной поверхностью, получали путем разложения алкоксидов иттрия и циркония. Для получения необходимой фазы порошок прокаливали при температуре 1000 °С в течение 0,5 часа. Затем, для получения керамики порошок прессовали и

спекали при температуре при 1450 °С. Плотность порошка была близка к теоретической, образцы пропускали свет.

В работе [23], аналогично предыдущему исследованию синтезирован порошок для изготовления полупрозрачного кубического диоксида циркония, допированный 3 моль%  $\text{Er}_2\text{O}_3$ . Порошок спекали на воздухе при температурах 800 - 1500 °С. Длительность изотермической выдержки на заданной температуре спекания составляла 20 часов, и скорость нагрева и охлаждения составляла 5 °С / мин. Обнаружено, характеристики исходных порошков и режимы спекания оказывают существенное влияние на микроструктуру и оптические характеристики керамики. Полностью плотные полупрозрачные образцы были получены после спекания при температурах ниже 1400 °С.

В работе [24], Тсукума и коллеги адаптировали процесс горячего изостатического прессования (ГИП) для получения высокопрозрачной YSZ керамики. Светопропускание полученных образцов было близким к монокристаллам. Исходный порошок сначала формовали методом холодного изостатического прессования под давлением 50 и 200 МПа, затем подпекали на воздухе в течение 2 часов при температурах 1300 °С, 1500 °С и 1650 °С. Затем подвергали горячего изостатическому прессованию в атмосфере аргона при температурах от 1350 до 1750°С и давлении 150 МПа в течение 1 ч. Размеры зерен образцов, предварительно спеченных при температуре 1350 °С составили 3 мкм, 6 мкм и 20 мкм после ГИП при температурах 1300 °С, 1500 °С и 1650 °С соответственно. Существенное влияние на оптические характеристики оказывала микроструктурах предварительно спеченных образцов. Обнаружено наличие межзёренных пор в образцах оказывают решающее влияние на прозрачность материала.

В работе [25], Пеучерт и другие ученые получили прозрачную керамику YSZ методом горячего прессования (ГП) с последующим ГИП с добавкой  $\text{TiO}_2$  для применения в качестве оптических линз. ГП проводили при температуре 1650 °С в вакууме ( $1 \times 10^{-3}$  Па) в течение 3 часов с последующим ГИП в атмосфере аргона при температуре 1750 °С и давлении 196 МПа в течение 1

часа. Полученные образцы отжигали на воздухе при температуре 1000 °С для восстановления стехиометрии по кислороду. Введение  $\text{TiO}_2$  способствовало росту зёрен и позволило ликвидировать пористость поры. Светорепускание YSZ керамики было сопоставимо с монокристаллами того же состава.

В работе [26] отмечается, что прозрачная керамика  $\text{ZrO}_2$  также может быть получена с использованием метода электроимпульсного плазменного спекания (с англ. Spark plasma sintering, СПС). Джанг и коллеги использовали получили прозрачную YSZ-керамику при температурах 1000 до 1200 °С и давлении 400 МПа. Процесс проводили в вакууме ( $10^{-3}$  Па) и скоростью нагрева 10°С / мин. Термическую обработку образцов на воздухе проводили при температуре 900 °С на воздухе в течение 4 часов. Наибольшую прозрачность продемонстрировал образец, спеченный при 1100 °С.

Лей и коллеги [27], также использовали метод СПС для изготовления прозрачной YSZ-керамики. Исходной порошок они синтезировали с использованием глицин-нитратного метода синтеза. Спекание проводили при температурах 1200–1350 °С в течение 5 минут. Полученная керамика оказалась прозрачна в инфракрасной области спектра.

Касолко и коллеги [28] получили прозрачную YSZ-керамику с субмикронным размером зерна (на уровне 55 нм) методом СПС.

Сводная информация, отображающая современное состояние технологии изготовления прозрачной и светопропускающей керамики на основе  $\text{ZrO}_2$  представлена в таблице 3.

Таблица 3 - Режимы изготовления светопропускающей керамики на основе  $ZrO_2$

Источник	Материалы	t, °C	Hv, ГПа	Скорость нагревания	Скорость охлаждения	Время выдержки, мин	Результат
[21]	CaO или $Y_2O_3$ , с порошком $ZrO_2$	1300–1750 °C	0,5–30 кПа	1000°C/ч	500°C/ч		Светопропускание 12%, полупрозрачная керамика
[22]		1000°C-1450°C				30	полупрозрачная керамика
[23]	$ZrO_2$ стабилизированной 6 мол. % $Y_2O_3$ , допированная 3 мол. $Er_2O_3$ %	800 - 1500 °C		5 °C / мин	5 °C / мин		полупрозрачная керамика
[24]	$ZrO_2$ стабилизированной 8 мол. % $Y_2O_3$	1350–1750°C		100°C/ч		120	Прозрачная керамика
[25]	$ZrO_2$ стабилизированной 8 мол. % $Y_2O_3$		$1 \cdot 10^{-3}$			180	Прозрачная керамика
[26]	$ZrO_2$ стабилизированной 8 мол. % $Y_2O_3$	1000–1200 °C		10°C / мин		240	Прозрачная керамика
[27]	$ZrO_2$ стабилизированной 3 и 8 мол. % $Y_2O_3$	1200–1350 °C				5	Прозрачная керамика

Таким образом, результате проведенного литературного обзора можно сделать следующие выводы: параметры СПС: температура спекания, давление прессования, скорость нагрева и время изотермической выдержки оказывают существенное влияние на оптические свойства керамики. Актуальной задачей является поиск оптимальных режимов, способов и приемов для изготовления керамики с высокими оптическими и механическими свойствами.

По результатам литературного обзора, не обнаружено релевантных работ, посвященных изготовлению прозрачной керамики на основе кубического диоксида циркония, с добавлением фторида лития. Это подчеркивает актуальность выбранной темы и позволяет сформулировать цели выпускной квалификационной работы.

Целью настоящей работы является исследование влияния фторида лития на оптические свойства прозрачной керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония, изготовленного методом электроимпульсного плазменного спекания.

## **2. Материалы, оборудование и методики экспериментов**

### **2.1 Материалы для исследования**

Для изготовления образцов был использован коммерческий нанопорошок иттрий-стабилизированного диоксида циркония TZ-10YS (TOSOH, Япония), доля стабилизатора ( $Y_2O_3$ ) в котором составляет 10 мол. % и порошок фторида лития (СХК, Россия).

Мокрое смешивание порошков проводили в шаровой мельнице в течение 48 часов. Содержание LiF в смесях составляло 0,1 – 1 мас. %. Полученную порошковую смесь сушили на воздухе при температуре 80 °С до полного испарения влаги.

Консолидацию керамики проводили на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония) при температуре 1300 °С, давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составляло 100 МПа, скорость нагрева составляла 8°С/мин. Продолжительность изотермической выдержки составляла 20 минут. В процессе спекания изменение линейных размеров керамического материала регистрировалось встроенными средствами технологического оборудования.

В результате электроимпульсного плазменного спекания были получены прозрачные керамические образцы цилиндрической формы диаметром 14 мм, высотой ~ 1,5 мм. Плотность образцов была определена измерением массы и линейных размеров, выраженная в процентах от теоретического значения, в качестве которого была принята плотность монокристалла (5,95 г/см<sup>3</sup> [32])  $ZrO_2$  стабилизированного 10 мол. %  $Y_2O_3$ .

### **2.2 Электроимпульсное плазменное спекание**

Электроимпульсное плазменное спекание относится к числу интенсивных методов консолидации материалов. В основе электроимпульсного плазменного спекания лежит модифицированный метод горячего прессования, при котором нагрев спекаемого материала осуществляется при помощи джоулева тепла, выделяемого при пропускании электрического тока непосредственно через

пресс-форму и порошковую заготовку, а не внешними источниками. В сравнении с традиционными методами консолидации порошковых материалов, СПС позволяет получать высокоплотные изделия при меньших температурах и за меньшее время.

Сущность метода СПС заключается в совместном воздействии на порошковое тело, помещенное в закрытую жесткую пресс-форму из термостойкого материала, механического давления и импульсного тока, с периодом следования 1 импульса  $10^{-3}$  с. При этом, разряды образующиеся в местах межчастичных контактов порошкового тела приводят к локальному разогреву, вплоть до плазменного состояния вещества; в зоне контактов протекает процесс высокоскоростного спекания частиц, исходных размер которых при этом наследуется зёрнами.

Модель установки электроимпульсного плазменного спекания схематически представлена на рисунке 2. В рабочей камере аппарата с водоохлаждаемыми стенками для обеспечения хорошего электрического контакта, высокой электро- и теплопроводности используются чаще всего графитовые конструктивные элементы (прокладки). Для минимизации теплопотерь на излучение графитовая пресс-форма закрывается керамическим или углеграфитовым войлоком.

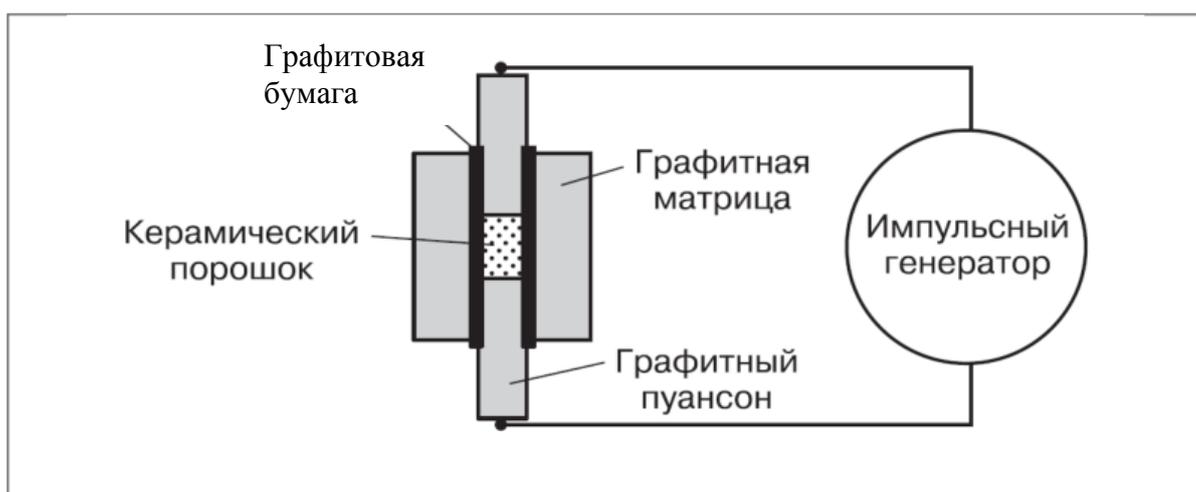


Рисунок 2 - Схематическое изображение установки электроимпульсного плазменного спекания

Для расчета коэффициентов термической усадки и расширения была использована методика, разработанная на выпускающей кафедре.

Для расчета ТКР ( $a_1$ ) выбирается участок, где порошковая шихта расширяется/сжимается только за счет воздействия температуры.

$$h_1(t) = a_1 x + b \quad (1)$$

Для расчета ТКУ ( $a_2$ ) выбирается участок, где порошковая шихта испытывает интенсивное уплотнение.

$$h_2(t) = a_2 x + b \quad (2)$$

Учет термического воздействия ( $k_i$ ) на образец, позволяет определить высоту и плотность спеченного образца.

$$K_i(t) = t_i - a_1 * U_i \quad (3)$$

где,  $k_i$  - компенсация термического воздействия на образец;

$U_i$  - усадка.

Определение высоты компакта:

$$h_i(t) = h_{i+1} + (k_{i+1} - k_i) \quad (4)$$

Определение плотности компакта:

$$\rho_i(t) = \frac{4m}{\pi * d^2 * h^i} \quad (5)$$

Определение относительной усадки:

$$x^i(t) = \frac{h_{max} - h_i}{h_{max}} \quad (6)$$

Для адекватного представления о процессах усадки керамики в процессе электроимпульсного плазменного спекания, с использованием полученных данных о ТКР материала, из зависимостей были исключены факторы влияния температурного расширения/сжатия образцов.

### 2.3 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ (РФА) - метод, позволяющий определить качественный и количество фаз, содержащихся в исследуемом материале.

Основная задача рентгенофазового анализа представляет собой идентификацию различных фаз в их смеси на основе анализа дифракционной картины, даваемой исследуемым образцом.

Выполнение анализа фазового состава керамических материалов, используемых в работе, проводилось на рентгеновском дифрактометре XRD-

7000 (Shimadzu, Япония). Изображение рентгеновского дифрактометра обозначено на рисунке 3.



Рисунок 3 - Рентгеновский дифрактометр XRD-7000 (Shimadzu, Япония)

#### 2.4 Определение плотности

Плотность определяли по известной формуле, предполагающий правильную геометрическую форму образца [33].

Определение плотности образца по форме:

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{4*m}{\pi*d^2*h} \quad (1)$$

где, m - масса образца,

d - диаметр образца,

h - высота образца.

#### 2.5 Спектрофотометрия

Спектрофотометрия – аналитический метод, используемый в широком спектре отраслей промышленности, обеспечивающий количественное измерение взаимодействия исследуемого материала с электромагнитным излучением. Наиболее часто используемые спектрофотометры работают в ультрафиолетовом, видимом и инфракрасном диапазонах длин волн [34].

Для исследования оптических свойств керамических образцов на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония, с различным содержанием фторида лития был использован спектрофотометр СФ-56 БИК (ЛОМО, Россия),

представлен на рисунке 4.



Рисунок 4 - Спектрофотометр СФ-56

Спектрофотометр СФ-56 – это однолучевый спектрофотометр, позволяющий проводить измерения коэффициента пропускания твердых и жидких веществ в спектральном диапазоне 190-1100 нм. СФ-56 может управляться компьютером, что облегчает сохранение результатов и позволяет проводить параллельно анализ данных на ПК.

### 3. Экспериментальная часть

Динамика линейной усадки образцов YSZ-керамики с добавками LiF в процессе SPS-спекания при температуре 1300 °С под давлением подпрессовки 100 МПа представлена на рисунке 5.

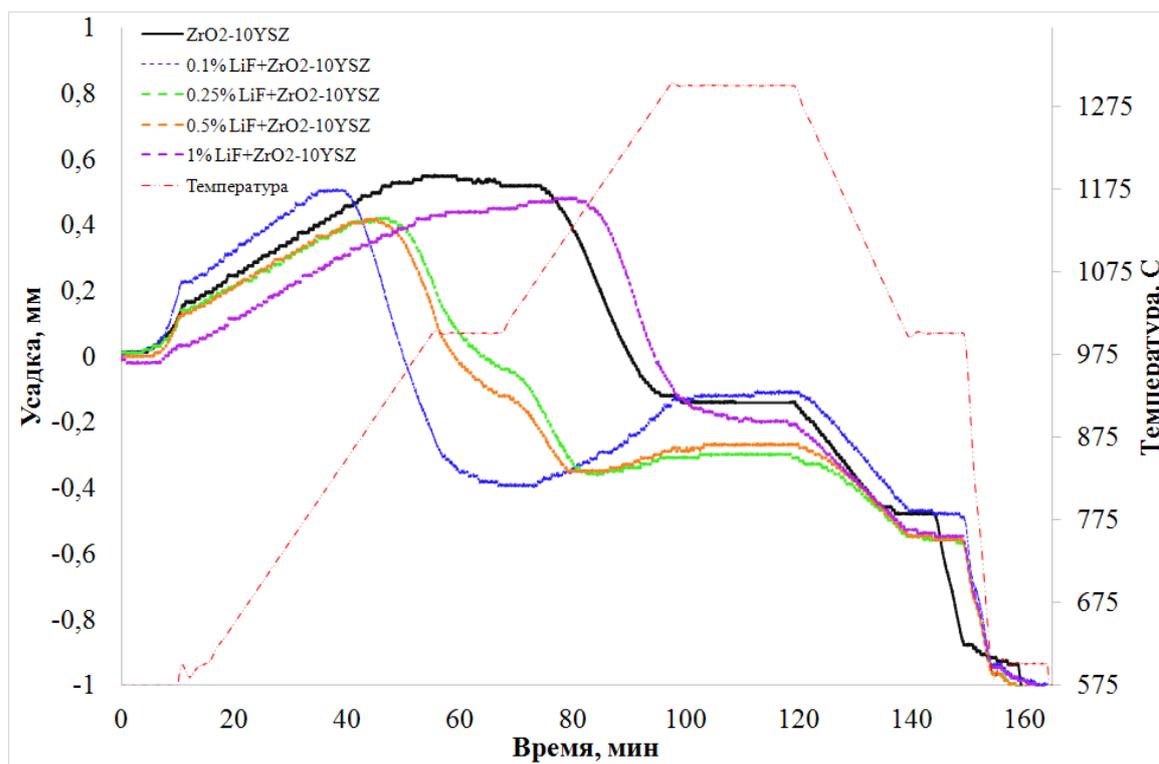


Рисунок 5 - Изменение линейных размеров образцов YSZ-керамики в процессе SPS при температуре 1300 °С и давлении 100 МПа.

Видно, что термическая усадка иттрий-стабилизированного диоксида циркония без добавки фторида лития начинается в диапазоне температур от 975 до 1075 °С, где происходит компенсация процессов термического расширения материала, процессами консолидации. После температуры 1075 °С, процессы спекания преобладают над процессами термического расширения вплоть до температуры 1300 °С и сопровождаются понижением пористости, ростом и консолидацией зёрен.

Интенсивная усадка материала наблюдается в диапазоне температур от 1075 до 1271 °С. Добавление фторида лития в количестве от 0,1 до 0,5 мас. % приводит к смещению диапазона температур интенсивной усадки материала в область меньших температур (таблица 4). Добавление фторида лития в

количестве от 0,5 до 1 мас. % приводит к смещению диапазона температур интенсивной усадки в область больших температур.

Таблица 4 - Интервалы интенсивной усадки

Название	Отн. Плотн. %	Характерные температуры	
		Температура начала интенсивной усадки, °С	Температура окончания интенсивной усадки, °С
YSZ	96,75	1075	1271
YSZ+0.1% LiF	95,46	847	1000
YSZ+0.25% LiF	94,93	916	1150
YSZ+0.5% LiF	94,68	895	1120
YSZ+1% LiF	94,05	1150	1285

Зависимость плотности YSZ-керамики от содержания LiF представлена на рисунке 6. Плотность полученной керамики, относительно мала для оптического материала. Это связано с тем, что определение плотности проводили до механической шлифовки и полировки материала.

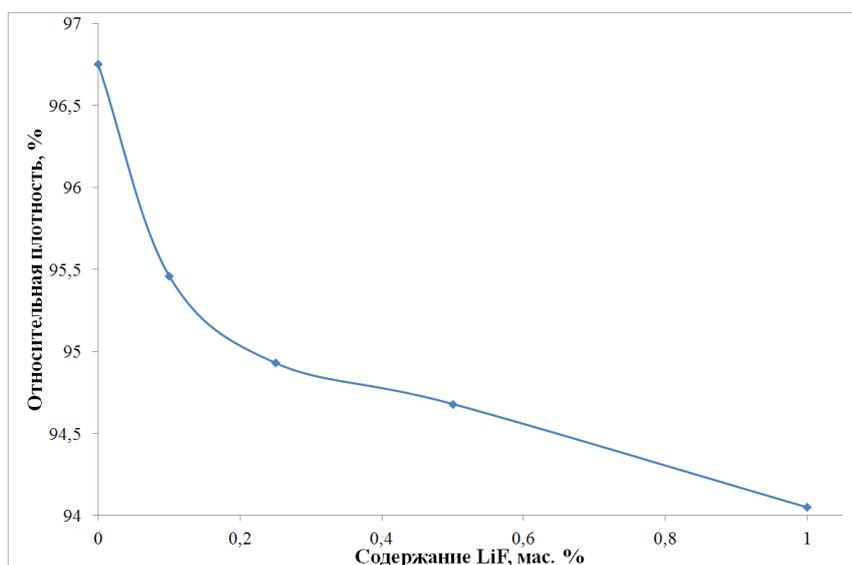


Рисунок 6 - График плотности керамики от концентрации LiF

С увеличением концентрации от 0,1 до 1 мас. % фторида лития наблюдается понижение относительной плотности YSZ-керамики на 1,41 %.

Рентгенофазовый анализ показал, что исследуемые образцы состоят из диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия в кубической модификации (рис. 7). Дифрактограммы всех образцов керамики соответствуют

фазе кубического диоксида циркония, что лучше всего соответствует картине PDF 010-89-9069, пространственная группа Fm-3m.

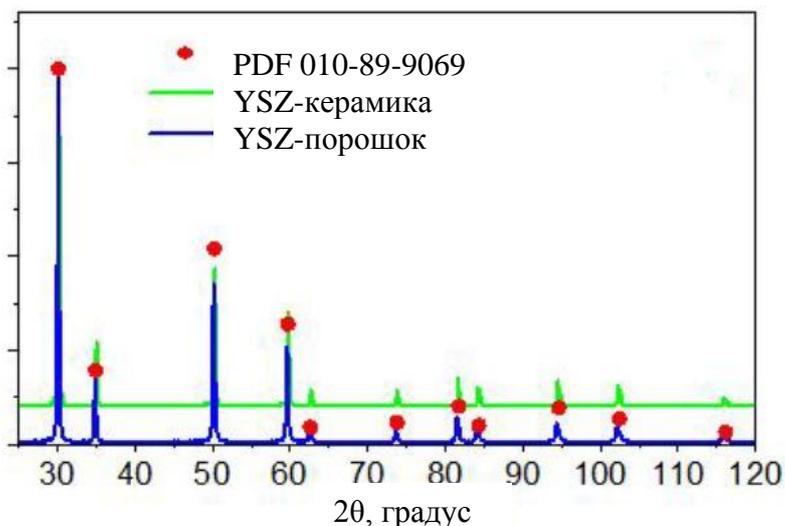


Рисунок 7 - Рентгенограммы YSZ-керамики, легированной фторидом лития.

Керамика на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония (YSZ) прозрачна для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн (от 300 нм до 2500 нм) и обладает аномально высоким показателем преломления.[35].

На рисунке 8 представлены результаты измерения спектров полного светопропускания керамических образцов с добавками LiF в процессе SPS-спекания при температуре 1300 °С под давлением подпрессовки 100 МПа в диапазоне длин волн (от 200 нм до 1000 нм).

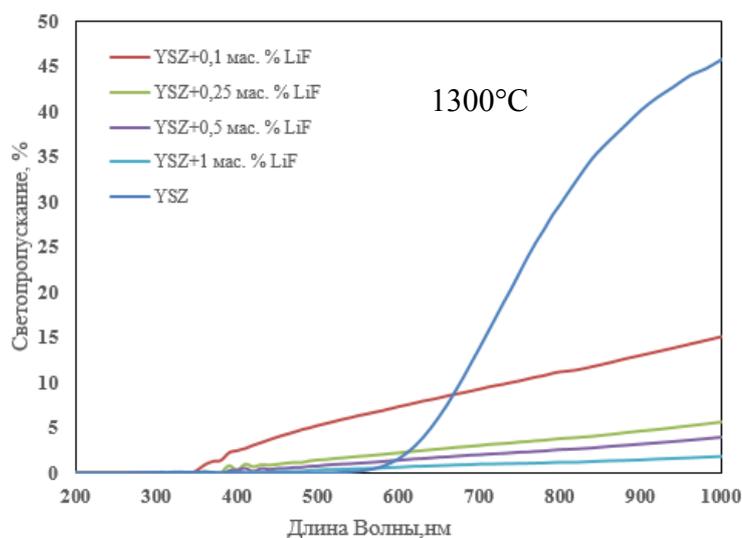


Рисунок 8 - Результаты измерения спектров полного светопропускания керамических образцов с добавками LiF

Можно заключить, что в ультрафиолетовой (200—400 нм) областях спектра светопропускание образцов почти не изменились, в видимой (400—760 нм) областях спектра 400-660 нм, с увеличением длины волны, коэффициент светопропускания образцов увеличивается, содержащих добавки фторида лития, увеличивается 0,1% фторида лития более очевидно, увеличение на 9%. После того, как длина волны превышает 660 нм, коэффициент светопропускания образца без добавок является самым высоким [36].

На рисунке 9 представлена зависимость светопропускания на длине волны 600 нм (величина его) от концентрации фторида лития.

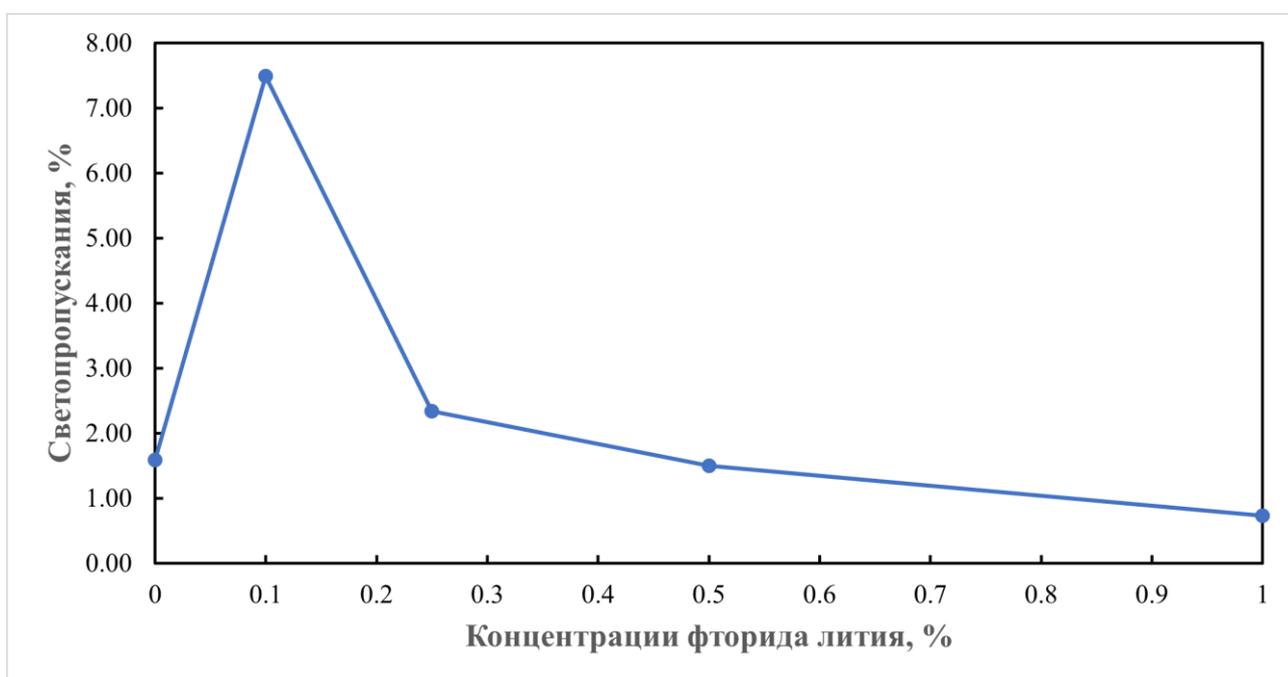


Рисунок 9 - Зависимость светопропускания на длине волны 600 нм от концентрации фторида лития.

В результате работы получена светопропускающая YSZ-керамика с добавками фторида лития. Изучено влияние фторида лития на процесс электроимпульсного плазменного спекания керамики.

Показано, что добавление фторида лития в количестве от 0,1 до 1 мас. % приводит к изменению диапазона температур интенсивной усадки материала и понижению относительной плотности на 1,41 %.

Установлено, что эффективным количеством добавки фторида лития является 0,1 мас. %. Такое количество добавки, позволяет сместить границу светопропускания в видимую область спектра. Однако, для получения керамики

с плотностью близкой к теоретической и высоким светопропусканием, требуется проведение дополнительных оптимизационных исследований, учитывающих влияние фторида лития на процесс спекания YSZ-керамики, а также специализированные приемы термической обработки.

## 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

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

#### 4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

С помощью анализа конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения, возможно провести оценку эффективности научной разработки и определить ее направление для будущего развития. В процесс исследования рассматривались две конкурирующие разработки:

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

Сравнение разработок-конкурентов и разработки данного НИ с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности приведено в таблице 1.

Таблица 1 - Сравнение конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
1	2	3	4	5	6	7	8
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>							
1. Прозрачность продукта	0,14	5	4	3	0,7	0,56	0,56
2. Повышение производительности пользователей	0,09	4	3	4	0,36	0,27	0,36
3. Энергоэффективность	0,04	4	3	5	0,16	0,12	0,2
4. Уровень шума	0,03	4	4	3	0,12	0,12	0,09
5. Технологичность	0,08	4	4	4	0,32	0,32	0,32
6. Эффективность работы	0,07	4	3	3	0,28	0,21	0,21
7. Простота эксплуатации	0,04	5	5	4	0,2	0,2	0,16
8. Надежность	0,05	5	4	5	0,25	0,2	0,25
9. Твердость продукта	0,04	4	3	4	0,16	0,12	0,16
10. Прочность продукта	0,04	5	5	4	0,2	0,2	0,16
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>							
1. Реализация продукта	0,09	5	4	4	0,45	0,36	0,36
2. Уровень охвата рынка	0,03	4	4	5	0,12	0,12	0,15
3. Предполагаемая цена	0,07	4	3	3	0,28	0,21	0,21

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
1	2	3	4	5	6	7	8
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,06	4	3	5	0,24	0,18	0,3
5. Финансирование научной разработки конкурентных товаров и разработок	0,04	5	4	4	0,2	0,16	0,16
6. Конкурентоспособность продукта	0,04	5	4	4	0,2	0,16	0,16
7. Срок выхода на рынок	0,03	5	5	5	0,15	0,15	0,15
8. Наличие сертификации разработки	0,02	4	4	5	0,1	0,08	0,1
<b>Итого</b>	<b>1</b>	<b>80</b>	<b>69</b>	<b>74</b>	<b>4,49</b>	<b>3,74</b>	<b>4,06</b>

Рассчитав конкурентоспособность двух используемых методов для изготовления керамики, можно сказать, что конкурентоспособность системы  $K_{\phi}$  составляет 4,49,  $K_{K1}$  - 3,74, а  $K_{K2}$  - 4,06. В результате проведенного анализа можно сделать вывод, что предлагаемое решение обладает конкурентоспособностью.

#### 4.1.2 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта проведен SWOT-анализ, где детально продуманы сильные и слабые стороны научно-технической разработки. На втором этапе проведения SWOT-анализа составлены интерактивные матрицы проекта, в которых осуществлено выполнение анализа соответствия параметров SWOT каждого с каждым. Соотношения параметров представлены в таблицах 2. - 5.

Таблица 2 - Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и сильные стороны»

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

Таблица 3 - Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и слабые стороны»

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

Таблица 4 - Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и сильные стороны»

Сильные стороны проекта						
Угрозы проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	1 У	+	+	-	-	-
	2 У	-	-	-	-	-

Таблица 5 - Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и слабые стороны»

Слабые стороны проекта						
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
	1 У	-	-	-	+	-
	2 У	-	+	-	-	-

Результаты выполнения SWOT-анализа представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты SWOT-анализа

	<p><b>Сильные стороны научно-исследовательского проекта</b></p> <p>C1. Низкая стоимость исходного сырья;</p> <p>C2. Высокий уровень физико- и термомеханических, и оптических свойств продукции;</p> <p>C3. Получение высококачественных продуктов;</p> <p>C4. Экологичность технологии;</p> <p>C5. Методика является перспективной.</p>	<p><b>Слабые стороны научно-Исследовательского проекта</b></p> <p>Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки;</p> <p>Сл2. Невысокие объемы производства;</p> <p>Сл3. Риск нарушения правил безопасности и возникновения различных непредвиденных ситуаций;</p> <p>Сл4. Сложность подбора режима;</p> <p>Сл5. Нет возможности поставить обеспечить крупносерийное производство.</p>
<p><b>Возможности</b></p> <p>B1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ</p>	<p><b>Направления развития</b></p> <p>B2C2. Высокий уровень физико- и термомеханических, оптических свойств продукции позволит</p>	<p><b>Сдерживающие факторы</b></p> <p>B1Cл4. Новейшее оборудование позволит на ранних стадиях исследование</p>

<p>В2.Появление Дополнительного спроса на новый продукт В3.Внедрение технологии в производство В4. Участие в грантах В5.Выход на зарубежные рынки</p>	<p>расширить спрос В3С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции и экологичность технологии являются основанием для внедрения технологии в производство В4С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических, оптических свойств продукции и экологичность технологии позволит участвовать в грантах В5С1С2. Низкая стоимость исходного сырья и высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции является хорошим основанием для выхода на зарубежные рынки</p>	<p>выявить и предотвратить появление брака</p>
<p><b>Угрозы</b> У1. Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок У2. Разработка новых технологий конкурентами и снижение цен</p>	<p><b>Угрозы развития</b> У1С1С2. Более ускоренные темпы разработки и производства и поиск технологического решения для ускорения технологического процесса</p>	<p><b>Уязвимости</b> У2Сл2. Разработка новых технологий для увеличения объема производства У1Сл4. Введение систем Совершенствования производственных процессов для снижения брака</p>

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

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

## 4.2 Планирование научно-исследовательских работ

### 4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

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

Таблица 7 - Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	научный руководитель
	2	Календарное планирование выполнения ВКР	инженер, научный руководитель
Выбор способа решения поставленной задачи	3	Обзор научной литературы	инженер
	4	Выбор методов исследования	инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	инженер, научный руководитель
	6	Проведение эксперимента	инженер
Обобщение и оценка результатов	7	Анализ полученных результатов НИР	инженер
	8	Оценка эффективности результатов	научный руководитель
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	9	Составление пояснительной записки	инженер

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

#### 4.2.2 Бюджет научно-технического исследования

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

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

#### Расчет материальных затрат научно-технического исследования

Материальные затраты отражают стоимость приобретенных материалов и сырья, которые входят в состав вырабатываемой продукции, образуя ее основу, или являются необходимыми компонентами при изготовлении продукции (таблица 8).

Таблица 8 - Затраты на получение светопропускающей керамики на основе ZrO<sub>2</sub>

Наименование статей	Кол-во/1 изд	Цена руб./кг	Итого затраты, руб.
Нанопорошок иттрий-стабилизированного диоксида циркония, кг	0,7	210	147
Порошок фторида лития	0,15	180	27
Графитовая бумага, кг	0,3	383	114,9
<b>Итого</b>			<b>288,9</b>

### Расчет амортизации специального оборудования

Расчет амортизации производится на находящееся в использовании оборудование. В итоговую стоимость проекта входят отчисления на амортизацию за время использования оборудования в статье накладных расходов (таблица 9).

Таблица 9 - Затраты на оборудование

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

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации:

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

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m, \quad (2)$$

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

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

$$H_A = \frac{1}{n} = \frac{1}{20} = 0,05. \quad (3)$$

Общую сумму амортизационных отчислений находим следующим образом:

Установка «SPS- 515S»:

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

Спектрофотометр СФ-56 БИК:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,07 \cdot 235200)}{12} \cdot 4 = 5488 \text{ руб.} \quad (5)$$

Установка SALD-7101:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,07 \cdot 9700)}{12} \cdot 4 = 2263 \text{ руб.} \quad (6)$$

БЭТ – анализатор ОРБИ-М:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,07 \cdot 600000)}{12} \cdot 4 = 14000 \text{ руб.} \quad (7)$$

Установка ПЭМ– JEOL, JSM-7500FA:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,07 \cdot 16000000)}{12} \cdot 4 = 373333 \text{ руб.} \quad (8)$$

Ультразвуковая ванна ГРАД-40:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,2 \cdot 20500)}{12} \cdot 4 = 1367 \text{ руб.} \quad (9)$$

Рентгеновский дифрактометр XRD-7000:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m = \frac{(0,05 \cdot 3700000)}{12} \cdot 4 = 61667 \text{ руб.} \quad (10)$$

Суммарные затраты амортизационных отчислений:

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

### **Основная заработная плата исполнителей темы**

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной

плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

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

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (11)$$

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_o} = \frac{51285 \cdot 10,3}{246} = 2147,3 \text{ руб.},$$

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

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

– при отпуске в 56 раб. дней –  $M=10,3$  месяца, 6-дневная рабочая неделя.

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_o} = \frac{33150 \cdot 11,2}{213} = 1743,1 \text{ руб.}.$$

Должностной оклад работника за месяц:

– для руководителя:

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

– для инженера:

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

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

Таблица 10 - Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней - выходные дни	52/14	104/14

- праздничные дни		
Потери рабочего времени		
- отпуск	48/5	24/10
- невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	246	213

Таблица 11 - Расчет основной заработной платы исполнителей

Исполнители НИ	З <sub>мс</sub> ,руб	К <sub>пр</sub>	К <sub>д</sub>	К <sub>р</sub>	З <sub>м</sub> ,руб	З <sub>дн</sub> ,руб	Т <sub>р</sub> , раб.дн	З <sub>осн</sub> ,руб
Руководитель	26300	0,3	0,2	1,3	51285	2147,3	17	36504,1
Инженер	17000	0,3	0,2	1,3	33150	1743,1	120	148163,5
Итого:								184667,6

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

– для руководителя:

$$З_{\text{бон}} = K_{\text{бон}} \times З_{\text{осн}} = 0,15 \times 36504,1 = 5475,6 \text{ руб.}$$

– для инженера:

$$З_{\text{бон}} = K_{\text{бон}} \times З_{\text{осн}} = 0,15 \times 148163,5 = 22224,5 \text{ руб.}$$

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

### Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

Для руководителя:

$$З_{\text{внеб}} = K_{\text{внеб}} (З_{\text{осн}} + З_{\text{бон}}) = 0,3 \times (36504,1 + 5475,6) = 6297 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$З_{\text{внеб}} = K_{\text{внеб}} (З_{\text{осн}} + З_{\text{бон}}) = 0,3 \times (148163,5 + 22224,5) = 25558 \text{ руб.}$$

где  $k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование).

Общая ставка взносов составляет в 2021 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ).

### Накладные расходы

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

связи.

Накладные расходы в целом:

$$Z_{\text{накл}} = (\text{сумма статей } 1 \div 6) \cdot k_{\text{нр}} = \\ = (722785 + 288,9 + 184667,6 + 27700,1 + 31855) \cdot 0,2 = 193459,32 \text{ руб.}$$

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

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется бюджет НИ «Дисперсионные и седиментационные свойства наночастиц в гидрозоле» по форме, приведенной в таблице 12.

Таблица 12 - Группировка затрат по статьям

Статьи							
Амортизация	Сырье, материалы	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого без накладных расходов	Накладные расходы	Итого бюджетная стоимость
722785	289	184668	27700	31855	967297	193460	1160606

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

Для определения эффективности исследования рассчитан интегральный показатель эффективности научного исследования путем определения интегрального показателя ресурсоэффективности.

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

В качестве аналогов данной НТР рассмотрены:

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

Интегральный финансовый показатель вариантов выполнения

проектируемого объекта определялся по формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (12)$$

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

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

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

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

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

$$I_{\text{финр}}^{\text{Вар.3}} = \frac{1160606,6}{1254172} = 0,93$$

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

**Интегральный показатель ресурсоэффективности** вариантов выполнения НТР ( $I_{pi}$ ) определен путем сравнительной оценки их характеристик, распределенных с учетом весового коэффициента каждого параметра (таблица 13).

Таблица 13 - Сравнительная оценка характеристик вариантов НТР

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

$$I_{p\text{-вар}1} = 4,2$$

$$I_{p\text{-вар}2} = 4,75$$

$$I_{p\text{-вар}3} = 4,95$$

На основании полученных интегрального финансового показателя и

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

$$I_{вари} = \frac{I_{p-вари}}{I \frac{вари}{финр}} \quad (13)$$

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

Далее интегральные показатели эффективности каждого варианта НТР сравнивались с интегральными показателями эффективности других вариантов с целью определения сравнительной эффективности проекта (таблица 14).

Таблица 14 - Сравнительная эффективность разработки

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

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

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

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

2. При проведении планирования был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить

и спланировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество календарных дней для выполнения работы – 88 дней; общее количество календарных дней, в течение которых работал инженер, – 85; общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель, – 17;

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

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

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

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

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

## **5. Социальная ответственность**

Цель данного раздела ВКР заключается в оценке степени безопасности проведения исследования, направленного на изготовление светопропускающей керамики на основе оксида циркония методом электроимпульсного плазменного спекания. Объектом исследования является нанопорошок иттрий-стабилизированного диоксида циркония TZ-10YS. Область применения результатов ВКР – получение светопропускающей керамики на производстве.

Исследование проводилось в лаборатории Томского политехнического университета (ауд. 021 10 корпуса).

### **5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности**

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

При организации работ в лаборатории следует исходить из положений Трудового кодекса Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. от 02.12.2019) [37].

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

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

#### **5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя**

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

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

При проведении лабораторных работ работник лаборатории находится в положении стоя (преимущественно) и сидя. Соответственно, когда организуют рабочее место инженера, должны соблюдать требования [38] и [39].

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

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

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

## **5.2 Производственная безопасность**

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

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

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

Были выявлены потенциальные вредные и опасные производственные факторы [40], которые могут воздействовать на исследователя в ходе приготовления светопропускающей керамики из нанопорошков  $ZrO_2$  (таблица 1).

Таблица 1 - Возможные опасные и вредные факторы

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

### **Анализ опасных и вредных производственных факторов**

#### **Анализ показателей микроклимата**

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

Оптимальные и допустимые показатели микроклимата в рабочей зоне производственного помещения для категории работ «Легкая Ia» по ГОСТ 12.1.005-88 [41] приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Требования к микроклимату помещения для категории работ «Легкая Ia»

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

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

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

Соответствие показателей микроклимата нормам необходимо регулярно контролировать посредством измерений данных показателей, исходя из требований, обозначенных в [42].

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

#### **Анализ показателей шума**

Гигиенические нормативы по шуму определены в ГОСТ 12.1.003-2014 [43] и в СН 2.2.4/2.1.8.562-96 [44].

Работа специалиста по материаловедению в лаборатории относится к категории работ со средней степенью напряженности и с легкой физической нагрузкой. Для рабочих мест таких работников предельно допустимый уровень шума составляет 70дБА [43] (таблица 3).

Таблица 3 - Предельно допустимые уровни звука и эквивалентные уровни звука на рабочих местах для трудовой деятельности разных категорий тяжести и напряженности в Дба.

Категория напряженности трудового процесса	Категория тяжести трудового процесса				
	легкая физическая нагрузка	средняя физическая нагрузка	тяжелый труд 1 степени	тяжелый труд 2 степени	тяжелый труд 3 степени
Напряженность легкой степени	80	80	75	75	75
Напряженность средней степени	70	70	65	65	65
Напряженный труд 1 степени	60	60			
Напряженный труд 2 степени	50	50			

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

Показатели уровня шума в лаборатории соответствуют нормативам. Если уровень шума превышает нормы, необходимо принимать меры по снижению уровня шума и защите работников от его воздействия в соответствии с [43].

Средства и методы защиты от шума [45]:

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

#### **Анализ освещенности рабочей зоны**

Нормы освещения научно-технических лабораторий, в том числе физических, стилométrических, спектрографических и т. п., по [46] представлены в таблице 4.

Получение светопропускающей керамики предполагает зрительные работы, относящиеся к VI разряду (грубая точность). Нормы разных видов освещения для промышленных помещений со зрительными работами шестого разряда [47] представлены в таблице 5.

Таблица 4 - Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения научно-технических лабораторий

Рабочая поверхность и плоскость нормирования КЕО и освещенности (Г – горизонтальная, В – вертикальная) и высота плоскости над полом, м	Естественное освещение КЕО е н , %		Совмещенное освещение КЕО е н , %		Искусственное освещение				
	при верхнем комбинированном освещении	При боковом освещении	при верхнем комбинированном освещении	При боковом освещении	Освещенность,лк		Показатель дискомфорта, М, не более	Коэффициент пульсации освещенности, КЕО е н , %, не более	
					при комбинированном освещении	при общем освещении			
Г-0,8	3,5	1,2	2,1	0,7	все го	от общего	400	40	10

Таблица 5 - Требования к освещению помещений промышленных предприятий (для категории VI)

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

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

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

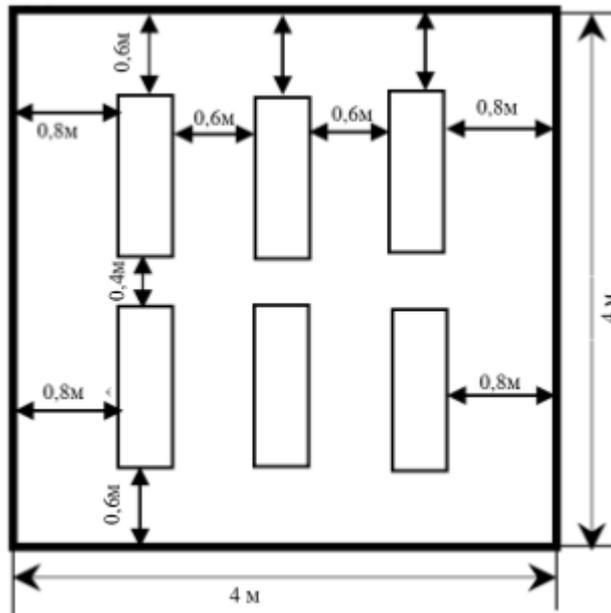


Рисунок 1 - План расположения светильников в рабочем помещении

Таблица 6 - Параметры для расчета освещенности помещения на рабочих местах

Высота помещения Н ,м	2,5
Длина помещения А ,м	4
Ширина помещения В ,м	4
Коэффициент отражения стен R <sub>с</sub> ,%	50
Коэффициент отражения потолка R <sub>п</sub> ,%	70
Коэффициент запаса, k	1,5
Коэффициент размерности Z	1,2
Высота рабочей поверхности h <sub>р</sub> ,м	0,9
Мощность, Вт	40
Световой поток одной лампы Ф,лм	2850

Произведем расчет искусственного освещения помещения:

Определяем индекс помещения  $i$  по формуле:

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

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

Определяем потребный световой поток ламп в каждом из рядов по формуле 1:

$$\Phi = \frac{E_H * S * K_3 * Z}{N_L * \eta} \quad (1)$$

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

$E_H = 400$  лк,

$k$  – коэффициент запаса,

$n$  – число ламп в помещении,

$\eta$  – коэффициент использования,

$Z$  – коэффициент равномерности.

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

В каждом светильнике 2 лампы со световым потоком 2850 лм.

Необходимое число светильников в ряду:

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

Фактическая освещённость определяется  $E_\phi$ :

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

Рассчитываем фактическое значение освещения в помещении по формуле:

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

Согласно стандарту, рекомендуемое освещение разрядной камеры, составляет равен 400 лк. В рассматриваемом рабочем помещении состоится 436лк приходится на искусственное освещение без учета естественного освещения. Таким образом, такое рабочее место соответствует требованию освещения рабочих мест в производственных помещениях, указанные в СНИП 23-05 [46].

### **Анализ электробезопасности**

Электрический ток – это повышенный источник опасности. В таблице 7 представлены предельно допустимые значения электрического тока при нормальном режиме работы электроустановок [48].

Таблица 7 - Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

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

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

Причиной поражения током могут быть случайное прикосновение к токоведущим частям, появление напряжения в результате повреждения изоляции и появление напряжения вследствие ошибочного включения оборудование [49].

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

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

Для обеспечения электробезопасности применяются заземление, защитные очки, безопасная конструкция электроприборов, инструменты с изоляционными ручками [49].

### 5.3 Экологическая безопасность

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

Одним из возможных опасных факторов для атмосферы в ходе получения светопропускающей керамики на основе оксида алюминия методом ЭИПС возможно распространение порошка иттрий-стабилизированного

диоксида циркония TZ-10YS в воздушной среде. Защита атмосферного воздуха от выбросов представлена очисткой вредных выбросов в специальных аппаратах (циклоны, фильтры и т.п.) и рассеиванием очищенных выбросов в воздухе. Выбросы порошка, появляющиеся при проведении исследования, не превышают ПДК [50].

Изготовленные образцы YSZ керамики подвергаются очистке с помощью воды. Остатки порошка через водопроводную систему могут попадать в почву и в воду. Чтобы очистить загрязнённую воду, применяются методы экстракции, обратного осмоса, ректификации и ультрафильтрации и др.

Избыточное количество вредных веществ в воде вредно для людей, животных и растений. Количество отходов, попадающие в процессе исследования в воду, не превышает ПДК [51].

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

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

#### **5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

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

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

Сильный мороз зимой является минимальной температурой, опасной для определенной лаборатории. Сильные морозы является причиной увеличения числа техногенных пожаров. В случае сильных мороз зимой в лаборатории оборудования требуют специальных изоляционных и морозильных устройств.

Для обертывания частей оборудования, которые легко замерзают, необходимо использовать теплоизоляционные материалы. Когда наступает зима, необходимо проверять, чтобы предотвратить повреждение упакованных теплоизоляционных материалов.

В лаборатории наиболее вероятно возникновение чрезвычайных ситуаций техногенного характера. На случай возникновения чрезвычайной ситуации в лаборатории должен быть предусмотрен следующий комплекс мероприятий:

- 1) необходимо эвакуировать людей или укрыть их в защитных сооружениях;
- 2) обеспечить людей индивидуальными средствами защиты;
- 3) организовать медицинскую помощь пострадавшим.

Рассмотрим наиболее типичную ЧС, такую как пожар в лаборатории.

#### **Анализ пожарной безопасности**

В лаборатории может произойти авария, взрыв или пожар. Наиболее распространенная вероятная чрезвычайная ситуация – это пожар. Помещение лаборатории по степени пожароопасности относится к классу Б, т.к. в нем присутствует выделение горючей пыли или волокон [52].

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

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

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

Если в лаборатории возник пожар, то после ликвидации пожара формируют комиссию, определяющую возможность дальнейшего использования лабораторного оборудования, которое проверяют на

соответствие требованиям пожарной безопасности. При отсутствии повреждений возможно продолжение работ [53].

Таким образом, с учетом безопасности и гигиены труда в данном разделе ВКР были рассмотрены потенциальные вредные и опасные факторы на рабочем месте во время изготовления светопропускающей керамики на основе альфы оксида циркония методом электроимпульсного плазменного спекания (шум, отклонение показателей микроклимата, электрический ток) и рекомендованы мероприятия по их устранению..

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

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

## Заключение

В данной работе изучено влияние фторида лития на процесс электроимпульсного плазменного спекания керамики на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония. Проведен рентгенофазовый анализ образцов. Исследованы спектры светопропускания YSZ-керамики.

Так же при выполнении работы были рассмотрены разделы «финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» и «социальная ответственность».

В результате работы сделаны следующие выводы:

1. Установлено, что добавление фторида лития в количестве от 0,1 до 1 мас. % приводит к изменению диапазона температур интенсивной усадки материала и понижению относительной плотности на 1,41 %.

2. Определено эффективное количество добавки фторида лития - 0,1 мас. %. Введение такого количества добавки приводит к смещению границы светопропускания в видимую область спектра на длину волны 300 нм.

3. Для получения керамики с плотностью близкой к теоретической и высоким светопропусканием, требуется проведение дополнительных оптимизационных исследований, учитывающих влияние фторида лития на процесс спекания YSZ-керамики, а также применение специализированных приемов, например – термической обработки.

## Список литературы

1. [Электронный ресурс]: Википедия. Прозрачная керамика. – URL: [https://ru.xcv.wiki/wiki/Transparent\\_ceramics](https://ru.xcv.wiki/wiki/Transparent_ceramics) (дата обращения: 26.05.2021).
2. Gedanken A., Reisfeld R., Sominski E., Palchik O., Kiltypin Yu., Panczer G., Gaft M., Minti H. Sonochemical preparation and characterization of europium oxide doped in and coated on ZrO<sub>2</sub> and yttrium-stabilized zirconium (YSZ) // J. Phys. Chem. B. — 2000. — V. 204. — P. 7057-7065.
3. Francisco Trivinho-Strixino, Francisco E.G. Guimarães, Ernesto C. Pereira. Zirconium oxide anodic films: optical and structural properties // Chem. Phys. Lett. — 2008. — V. 461. — P. 82-86.
4. Ramos-Brito F., García-Hipólito M., Alejo-Armenta C., Alvarez-Fragoso O., Falcony C. Characterization of luminescent praseodymium-doped ZrO<sub>2</sub> coatings deposited by ultrasonic spray pyrolysis technique // J. Phys. D. Appl. Phys. — 2007. — V. 40. — P. 6718-6724.
5. Guzmán-Mendoza J., Aguilar-Frutis M.A., Alarcón-Flores G., García-Hipólito M., Maciel-Cerda A., Azorín-Nieto J., Rivera-Montalvo T., Falcony C. Synthesis and characterization of hafnium oxide films for thermo and photoluminescence applications // Appl. Radiat. Isot. — 2010. — V. 68. — P. 696-699.
6. De la Rosa E., Diaz-Torres L.A., Salas P., Rodríguez R.A. Visible light emission under UV and IR excitation of rare earth doped ZrO<sub>2</sub> nanophosphor // Opt. Mater., — 2005. — V. 27. — P. 1320-1325.
7. García-Hipólito M., Martínez E., Álvarez-Fregoso O., Falcony C., Aguilar-Frutis M.A. Preparation and characterization of Eu doped zirconia luminescent films synthesized by pyrosol technique // J. Mater. Sci. Lett. — 2001. — V. 20. — P. 1799-1801.
8. Pereyra-Perea E., Estrada-Yáñez M.R., García M. Preliminary studies on luminescent terbium doped ZrO<sub>2</sub> thin films prepared by sol-gel process // J. Phys. D: Appl. Phys. — 1998. — V. 31. — P. 7-10.
9. Hongwu Zhang, Xiaoyan Fu, Shuyun Niu, Qin Xin. Blue emission of ZrO<sub>2</sub>:Tm

- nanocrystals with different crystal structure under UV excitation // J. Non-Cryst. Solids. — 2008. — V. 354. — P. 1559-1563.
10. Lange S., Sildos I., Hartmanova M., Aarik J., Kiisk V. Luminescence properties of Sm<sup>3+</sup>-doped polycrystalline ZrO<sub>2</sub> // J. Non-Cryst. Solids. — 2008. — V. 354. — P. 4380-4382.
  11. Martínez-Hernández A., Guzmán-Mendoza J., Rivera-Montalvo T., Sánchez-Guzmán D., Guzmán-Olguín J.C., García-Hipólito M., Falcony C. Synthesis and cathodoluminescence characterization of ZrO<sub>2</sub>:Er<sup>3+</sup> films // J. Lumin. — 2014. — V. 153. — P. 140-143.
  12. [Электронный ресурс]: – URL: <https://dic.academic.ru/dic.nsf/ruwiki/481636> (дата обращения: 26.05.2021)
  13. Agac O, Gozutok M, Sasmazel H T, et al. Mechanical and biological properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiO<sub>2</sub> co-doped zirconia ceramics // Ceramics International. — 2017. — V. 43(13). — P. 10434-10441.
  14. Perez E.S., Gutierrez H.M., Gonzalez K.J.M, et al. Densification and microstructure of spark plasma sintered 7YSZ-Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic nano-composites // Journal of Asian Ceramic Societies. — 2017. — V. 5(3). — P. 266-275.
  15. [Электронный ресурс]: – URL: [http://mylsa.ru/xo15pliovl93/Фторид\\_лития](http://mylsa.ru/xo15pliovl93/Фторид_лития) (дата обращения: 26.05.2021).
  16. [Электронный ресурс]: – URL: <https://dic.academic.ru/dic.nsf/ruwiki/481636> (дата обращения: 26.05.2021).
  17. Coble R L. Sintering alumina: effect of atmosphere // Journal of the American Ceramic Society. —1962. — V. 45(3). — P. 123-127.
  18. Chen Shi., Wu Yiquan., New Opportunities for Transparent Ceramics // American Ceramic Society Bulletin. — 2013. — V. 92. — P. 32-37.
  19. Ikesue A, Aung Y L. Ceramic laser materials // Nature Photonics. — 2008. — V. 2(12). — P. 721-727.
  20. Выдрик Г.А., Соловьева Т.В., Харитонов Ф.Я. Прозрачная керамика. — Москва, Энергия, 1980. — 5-9, 96 с., 2.

21. Vahldiek F.W. Translucent  $\text{ZrO}_2$  prepared at high pressures // *Journal of the Less Common Metals*. — 1967. — V. 13. — P. 530–540.
22. Mazdiyas K.S., Lynch C.T., Smith J.S. Cubic Phase Stabilization of Translucent Yttria-Zirconia at Very Low Temperatures // *Journal of the American Ceramic Society*. — 1967. — V. 50. — P. 532–537.
23. P. Duran, P. Recio, J.R. Jurado, C. Pascual, C. Moure. Preparation, Sintering, and Properties of Translucent  $\text{Er}_2\text{O}_3$ -Doped Tetragonal Zirconia // *Journal of the American Ceramic Society*. — 1989. — V. 72. — P. 2088–2093.
24. Tsukuma K., Yamashita I., Kusunose T. Transparent 8 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  (8Y) Ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. — 2008. — V. 91. — P. 813–818.
25. Peuchert U., Okano Y., Menke-Berg Y., Reichel S., Ikesue A. Transparent Cubic- $\text{ZrO}_2$  Ceramics for Application as Optical Lenses // *Journal of the European Ceramic Society*. — 2009. — V. 29. — P. 283–291.
26. H. Zhang, B.-N. Kim, K. Morita, H.Y.K. Hiraga, Y. Sakka. *Comprehensive Nuclear Materials. Sci. Technol. Adv. Mater.* — 2011. — V. 12. — 055003.
27. Lei L.W., Fu Z.Y., Wang H., Lee S.W., Niihara K. Transparent yttria stabilized zirconia from glycine-nitrate process by spark plasma sintering // *Ceram. Int.* — 2012. — V. 38. — P. 23–28.
28. Casolco S.R., Xu J., Garay J.E. Transparent/translucent polycrystalline nanostructured yttria stabilized zirconia with varying colors // *Scr. Mater.* — 2008. — V. 58. — P. 516–519.
29. Srdic V.V., Winterer M., Hahn H. Sintering behavior of nanocrystalline zirconia prepared by chemical vapor synthesis // *Journal of the American Ceramic Society*. — 2000. — V. 83. — P. 729–736.
30. Anselmi-Tamburini U., Woolman J.N., Munir Z.A. Transparent Nanometric Cubic and Tetragonal Zirconia Obtained by High-Pressure Pulsed Electric Current Sintering // *Adv. Funct. Mater.* — 2007. — V. 17. — P. 3267–3273.
31. Alaniz J.E., Perez-Gutierrez F.G., Aguilar G., Garay J.E. Optical properties of transparent nanocrystalline yttria stabilized zirconia // *Opt. Mater.* — 2009. — V.

32. — P. 62–68.
32. Ingel R.P., Lewis D. Lattice Parameters and Density for Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Stabilized ZrO<sub>2</sub> // J. Am. Ceram. Soc. – 1986. – Vol. 69. – №4. – P. 325-332.
33. ГОСТ 25281–82 (СТ СЭВ 2287–80). Метод определения плотности формовок.
34. [Электронный ресурс]: <https://www.laboratorii.com/stati/spektrofotometriya-v-laboratornoypraktike.html> (дата обращения: 16.04.2021).
35. Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Пайгин В.Д., Толкачев О.С.- ИЗГОТОВЛЕНИЕ СВЕТОПРОПУСКАЮЩЕЙ YSZ-КЕРАМИКИ МЕТОДАМИ ХОЛОДНОГО СТАТИЧЕСКОГО ОДНООСНОГО И УЛЬТРАЗВУКОВОГО ПРЕССОВАНИЯ С ПОСЛЕДУЮЩИМ СВОБОДНЫМ СПЕКАНИЕМ// Фундаментальные исследования. – 2017. – № 12 (часть 2) – С. 268-276.
36. [Электронный ресурс]: Википедия. Ультрафиолетовое излучение. – URL: [https://ru.wikipedia.org/wiki/ Ультрафиолетовое\\_излучение](https://ru.wikipedia.org/wiki/Ультрафиолетовое_излучение).
37. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. От 02.12.2019).
38. ГОСТ 12.2.032-78. ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
39. ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
40. ГОСТ 12.0.003-2015. ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация (дата введения: 01.03.2017).
41. ГОСТ 12.1.005-88. ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (дата введения: 01.01.1989).
42. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений (утв. Постановлением Госкомсанэпиднадзора РФ от 1 октября 1996 г.).
43. ГОСТ 12.1.003-2014. ССБТ. Шум. Общие требования безопасности (дата введения: 01.11.2015).
44. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых,

- общественных зданий и на территории застройки (утв. Постановлением Госкомсанэпиднадзора РФ от 31 октября 1996 г.).
45. ГОСТ 12.1.029-80. ССБТ. Средства и методы защиты от шума. Классификация (дата введения: 01.07.1981).
46. СП 52.13330.2016. Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95\* (дата введения: 08.05.2017).
47. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий (дата введения: 15.06.2003).
48. ГОСТ 12.1.038-82. ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов (дата введения: 01.07.1983).
49. ГОСТ 12.1.019-2017. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (дата введения: 01.01.2019).
50. ГН 2.1.6.3492-17. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений(утв. 22.12.2017, с изменениями на 31.05.2018).
51. ГН 2.1.5.1315-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования (утв. 30.04.2003, с изменениями на 13.07.2017).
52. Федеральный закон «О внесении изменений в Федеральный закон "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности"» от 10.07.2012. -№ 117-ФЗ.
53. ВНЭ 5-79. Правила пожарной безопасности при эксплуатации предприятий химической промышленности (утв. Министерством химической промышленности 25 июля 1979 г.).

## Приложение

Ли Шухуэй (Китай)

Томский политехнический университет г.Томск

Пайгин В.Д.(Россия)

Томский политехнический университет г.Томск

Научный руководитель: Хасанов О.Л. Профессор, д.т.н., директор

Научно-образовательного инновационного центра

«Наноматериалы и нанотехнологии»

Национального исследовательского Томского политехнического университета

## ВЛИЯНИЕ ФТОРИДА ЛИТИЯ НА СПЕКАНИЕ YSZ-КЕРАМИКИ

### Введение

Керамика на основе иттрий-стабилизированного диоксида циркония (YSZ) обладает высокими механическими и функциональными свойствами. Она прозрачна для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн и обладает аномально высоким показателем преломления (около 2,2). В связи с этим YSZ-керамика представляется перспективной для применения в оптоэлектронике, для производства новых источников света и в квантовой оптике [1].

Фторид лития (LiF) – широко распространенный оптический материал. Он чувствителен к ионизирующему излучению и тепловым нагрузкам[2]. LiF является легкоплавким материалом, что обуславливает его широкое применение в качестве спекающей добавки [3, 4].

В настоящей работе изучено влияние фторида лития на процессы электроимпульсного плазменного спекания YSZ-керамики.

### Экспериментальная часть

Для изготовления образцов был использован коммерческий нанопорошок иттрий-стабилизированного диоксида циркония TZ-10YS (TOSOH, Япония), доля стабилизатора ( $Y_2O_3$ ) в котором составляет 10 мол. % и порошок фторида лития (СХК, Россия). Мокрое смешивание порошковых компонентов проводили в шаровой мельнице в течение 48 часов. Содержание LiF в смесях составляло 0,1 – 1 мас. %. Консолидацию керамики проводили на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония) при температуре 1300 °С, давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составляло 100 МПа, скорость нагрева составляла 8°С/мин. Продолжительность изотермической выдержки составляла 20 минут. Изменение линейных размеров керамического материала в процессе спекания регистрировалось встроенными средствами технологического оборудования.

В результате электроимпульсного плазменного спекания были получены прозрачные керамические образцы цилиндрической формы диаметром 14 мм, высотой ~ 1,5 мм. Плотность образцов была определена измерением массы и линейных размеров, выраженная в процентах от теоретического значения, в

качестве которого была принята плотность монокристалла ( $5,95 \text{ г/см}^3$  [5])  $\text{ZrO}_2$  стабилизированного 10 мол.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

### Результаты и их обсуждение

Динамика линейной усадки образцов YSZ-керамики с добавками LiF в процессе SPS-спекания при температуре  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$  под давлением подпрессовки 100 МПа представлена на рисунке 1.

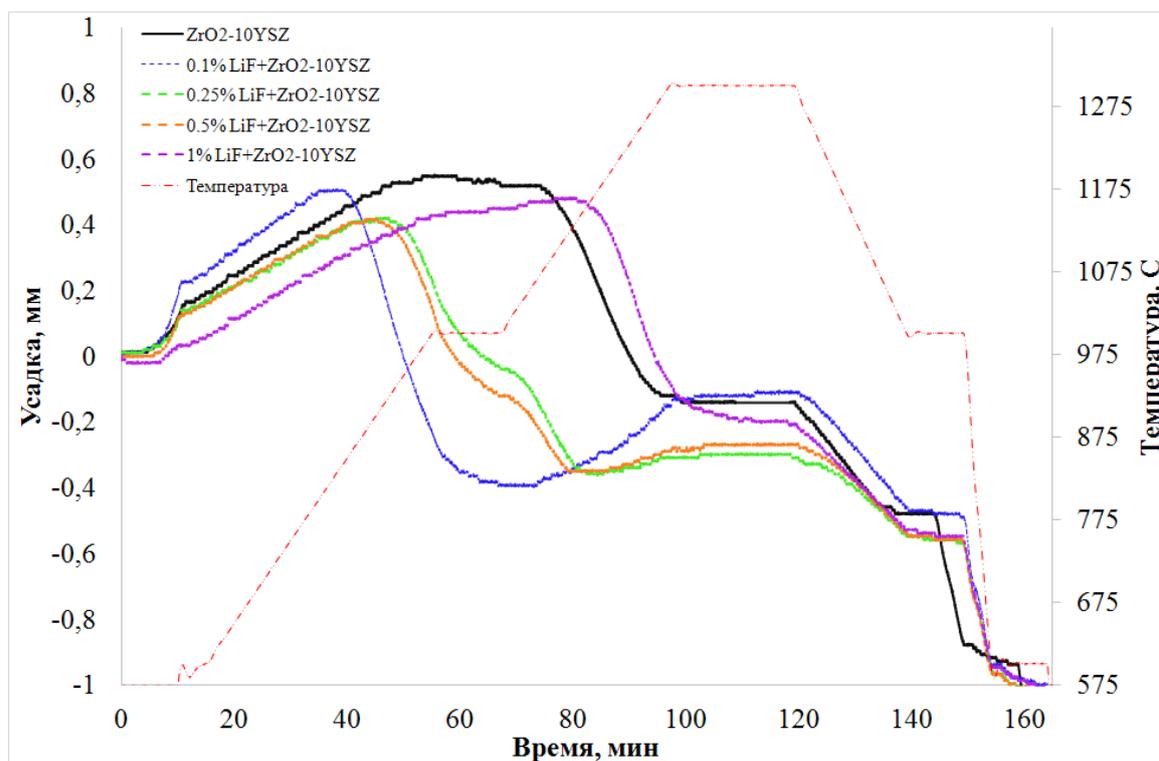


Рис.1. Изменение линейных размеров образцов YSZ-керамики в процессе SPS при температуре  $1300^\circ\text{C}$  и давлении 100 МПа.

Видно, что термическая усадка иттрий-стабилизированного диоксида циркония без добавки фторида лития начинается в диапазоне температур от  $975$  до  $1075 \text{ }^\circ\text{C}$ , где происходит компенсация процессов термического расширения материала, процессами консолидации. После температуры  $1075 \text{ }^\circ\text{C}$ , процессы спекания преобладают над процессами термического расширения вплоть до температуры  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$  и сопровождаются понижением пористости, ростом и консолидацией зёрен.

Интенсивная усадка материала наблюдается в диапазоне температур от  $1075$  до  $1271 \text{ }^\circ\text{C}$ . Добавление фторида лития в количестве от  $0,1$  до  $0,5$  мас. % приводит к смещению диапазона температур интенсивной усадки материала в область меньших температур (таблица 1). Добавление фторида лития в количестве от  $0,5$  до  $1$  мас. % приводит к смещению диапазона температур интенсивной усадки в область больших температур.

Таблица 1 Интервалы интенсивной усадки

Название	Отн. Плотн. %	Характерные температуры	
		Температура начала интенсивной усадки, °С	Температура окончания интенсивной усадки, °С
YSZ	96,75	1075	1271
YSZ+0.1% LiF	95,46	847	1000
YSZ+0.25% LiF	94,93	916	1150
YSZ+0.5% LiF	94,68	895	1120
YSZ+1% LiF	94,05	1150	1285

Зависимость плотности YSZ-керамики от содержания фторида лития представлена на рисунке 2. Плотность полученной керамики, относительно мала для оптического материала. Это связано с тем, что определение плотности проводили до механической шлифовки и полировки материала.

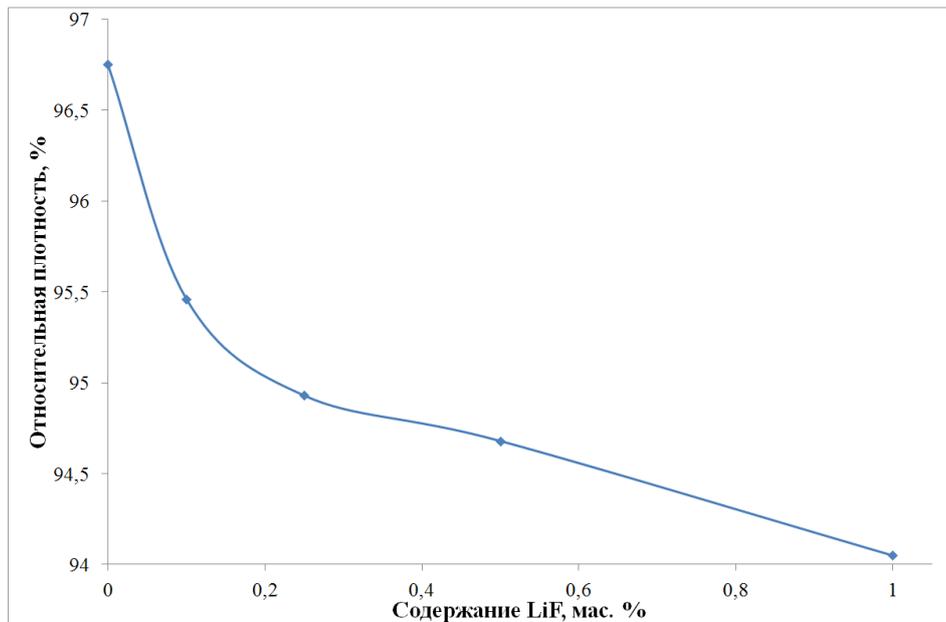


Рис.2. График плотности керамики от концентрации фторида лития

С увеличением концентрации от 0,1 до 1 мас. % фторида лития наблюдается понижение относительной плотности YSZ-керамики на 1,41 %.

### Заключение

В результате работы получена светопропускающая YSZ-керамика с добавками фторида лития. Изучено влияние фторида лития на процесс электроимпульсного плазменного спекания керамики.

Показано, что добавление фторида лития в количестве от 0,1 до 1 мас. % приводит к изменению диапазона температур интенсивной усадки материала и понижению относительной плотности на 1,41 %.

Для получения керамики с плотностью близкой к теоретической, требуется проведение дополнительных оптимизационных работ, учитывающих влияние фторида лития на процесс спекания YSZ-керамики.

Выполнено на оборудовании НОИЦ "НМНТ" Томского политехнического университета при поддержке Госздания «Наука» FSWW-2020-0014 (5.0017.ГЗБ.2020).

## Список литературы

1. Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Пайгин В.Д., Толкачев О.С. ИЗГОТОВЛЕНИЕ СВЕТОПРОПУСКАЮЩЕЙ YSZ-КЕРАМИКИ МЕТОДАМИ ХОЛОДНОГО СТАТИЧЕСКОГО ОДНООСНОГО И УЛЬТРАЗВУКОВОГО ПРЕССОВАНИЯ С ПОСЛЕДУЮЩИМ СВОБОДНЫМ СПЕКАНИЕМ // Фундаментальные исследования. – 2017. – № 12-2. – С. 268-276;  
URL: <http://www.fundamental-research.ru/ru/article/view?id=42014> (дата обращения: 21.03.2021).
2. URL: <https://www.rstradehouse.com/item?id=100210133713> (дата обращения: 21.03.2021).
3. С. С. Моисеев, В. А. Петров, С. В. Степанов, ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ФТОРИДА ЛИТИЯ // ТЕПЛОФИЗИКА ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУР. – 2008. – том 46. – № 2. – С. 268-276
4. C.-L. Tsai, M. Korczyk, R.J. Smith, V.H. Schmidt, Low temperature sintering of  $Ba(Zr_{0.8-x}Ce_xY_{0.2})O_{3-\delta}$  using lithium fluoride additive // Solid State Ionics. - Volume 181, Issues 23–24. – 2010. – Pages 1083-1090. – ISSN 0167-2738,
5. Ingel R.P., Lewis D. Lattice Parameters and Density for  $Y_2O_3$ -Stabilized  $ZrO_2$  // J. Am. Ceram. Soc. – 1986. – Vol. 69., №4. – P. 325-332.

