

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

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

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Влияние предварительного спекания на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2, стабилизированного Y_2O_3

УДК 621.762.5:661.88:666.3

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Си Хунхуэй	<i>Си Хунхуэй</i>	

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОМ ИШНПТ	Хасанов О. Л.	Д.Т.Н		

Нормоконтроль

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.	Конд. экон. наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин А. А.	Д.Т.Н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.03.01 Материаловедение и технологии материалов	Ваулина О.Ю.	К.т.н., доцент		

Планируемые результаты обучения ООП

Код компетенции СУОС	Наименование компетенции СУОС
Универсальные компетенции	
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
Общепрофессиональные компетенции	
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 общеинженерные 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
Профессиональные компетенции	
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
ПК(У)-7	Способен выбирать и применять соответствующие методы моделирования физических, химических и технологических процессов
ПК(У)-8	Готов исполнять основные требования делопроизводства применительно к записям и протоколам; оформлять проектную и рабочую техническую документацию в соответствии с нормативными документами
ПК(У)-9	Готов участвовать в разработке технологических процессов производства и обработки покрытий, материалов и изделий из них, систем управления технологическими процессами
Профессиональные компетенции университета	
ДПК (У)-1	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
ДПК (У)-2	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 (специальность) Материаловедение и технологии материалов
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ О.Ю.Ваулина
 (Подпись) (Дата)

**ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Си Хунхуэй

Тема работы:

Влияние предварительного спекания на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2 , стабилизированного Y_2O_3	
Утверждена приказом директора ИШНПТ	Приказ № 57-53/с от 26.02.2021

Срок сдачи студентом выполненной работы:	08 июня 2021 года
------------------------------------------	-------------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объектом исследования являются порошковый материал на основе ZrO_2 и изготовленная из него керамика. Марка порошка TZ-3YSB-E. Предметом исследования являются процессы консолидации, структура и содержание моноклинной фазы в керамике после гидротермальных испытаний.</p>
<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1) Провести литературный обзор по керамике на основе ZrO_2; 2) Изготовить прессовки одноосным односторонне прессованием исходного материала при 75 МПа; 3) Провести предварительное свободное спекание подготовленных прессовок при 1100, 1150, 1200 °С в течении 1 ч.; 4) Провести предварительное электроимпульсное плазменное спекание исходного материала при 950, 1000, 1050 °С в течении 1 мин.;

	<p>5) Провести свободное спекание при 1400 °С предварительно спеченных образцов;</p> <p>6) Подготовить образцы и изучить методами рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии;</p> <p>7) Провести испытания по ускоренному старению и оценить содержание моноклинной фазы.</p>
--	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	СЭМ изображения материалов и керамики
---------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
<i>Финансовый менеджмент...</i>	Былкова Т. В. Доцент ОСГН ШБИП
<i>Социальная ответственность</i>	Сечин А.А. Доцент ООД ШБИП

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

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ООП	Ваулина О.Ю.	К.т.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Си Хунхуэй	<i>Си Хунхуэй</i>	

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

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Си Хунхуэй

Школа	ИШНПТ	Отделение школы (НОЦ)	Материаловедение
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

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

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

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	Анализ конкурентных технических решений SWOT- анализ
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	1. Планирование работ 2. Разработка графика Гания 3. Формирование бюджета затрат
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	Описание потенциального эффекта

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

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

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Татьяна Васильевна Былкова	Конд. экон. наук		01.02.2021г

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Си Хунхуэй	<i>Си Хунхуэй</i>	01.02.2021г

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
154Б72	Си Хунхуэй

Школа		Отделение (НОЦ)	
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

Тема ВКР:

<p>влияния предварительного спекания керамики на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2, стабилизированного Y_2O_3</p>	
<p>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</p>	
<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Объект: керамики на основе тетрагонального ZrO_2, стабилизированного Y_2O_3 Область применения: медицина, технологии</p>
<p>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</p>	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. от 02.12.2019). – ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ – ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ
<p>2. Производственная безопасность:</p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p><i>Были выявлены следующие вредный факторы производства:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны 2. Недостаточная освещенность рабочей зоны; 3. Отсутствие или недостаток естественного света; 4. Химически вредные вещества в воздухе рабочей зоны. <p><i>Были выявлены следующие опасные факторы производства:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Движущиеся машины и механизмы; 2. Повышенная температура поверхностей оборудования, материалов; 3. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека; <p><i>Были выявлены основные источники опасности, выбраны средства защиты и определены защитные мероприятия.</i></p>
<p>3. Экологическая безопасность:</p>	<p>Анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы).</p>

	Анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы). Анализ воздействия объекта на литосферу (отходы).
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Пожар

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин А.А.	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154Б72	Си Хунхуэй	Си Хунхуэй	

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов
 Уровень образования Бакалавриат
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения
 Период выполнения Осенний / весенний семестр 2020 /2021 учебного года

Форма представления работы:

бакалаврская работа

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

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	08 июня 2021 года
------------------------------------------	-------------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
30.03.2021	Литературный обзор	20
15.04.2021	Экспериментальная часть	20
30.05.2021	Обсуждение результатов и оформление работы	35
20.05.2021	Финансовый менеджмент	15
20.05.2021	Социальная ответственность	10

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

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

Консультант (при наличии)

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

СОГЛАСОВАНО:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ООП	Ваулина О.Ю.	К.т.н., доцент		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа: 76с., 5 рис., 19 табл., 56 источников.

Тема: Влияние предварительного спекания на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2 , стабилизированного Y_2O_3

Цель работы: изучении влияния предварительного спекания на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2 , стабилизированного Y_2O_3

Установлено, что предварительное свободное спекание не ухудшает гидротермальную стойкость керамики, а использование предварительного электроимпульсного плазменного спекания позволяет сократить время последующего свободного спекания и увеличить гидротермальную стойкость

Объект исследования: керамика на основе ZrO_2

Область применения: медицина, технологии.

Ключевые слова: керамика, иттрий-стабилизированный поликристаллический тетрагональный диоксид циркония (Y-TZP), гидротермальное старение, LTD (низкотемпературная деградация), структура, свойства.

Список сокращений

LTD-низкотемпературная деградация

СЭМ-сканирующий электронный микроскоп;

ЭПС(SPS)- электроимпульсное плазменное спекание

РФА-рентгенофазовый анализ;

Y-TZP- иттрий-стабилизированный поликристаллический тетрагональный диоксид циркония

Содержание

Введение.....	15
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	17
1.1. Керамика на основе Y-TZP: общие сведения, трансформационное упрочнение, применение.....	17
1.2. Низкотемпературное разложение керамики на основе Y-TZP	18
1.3. Влияние методов спекания на гидротермальное старение Y-TZP	20
1.3.1. Двухступенчатое спекание	20
1.3.2. Горячее изостатическое прессование после спекания	21
1.3.3. Микроволновое спекание	21
1.3.4. Спекание в электрическом поле.....	23
1.4. Влияние размера зерна на гидротермальное старение Y-TZP.....	24
1.5. Влияние легирующих примесей на уплотнении Y-TZP.....	25
2. Материал и методики исследований.....	27
2.1. Материал исследований	27
2.2. Изготовление образцов.....	27
2.3. Изучение кинетики спекания.....	29
2.4. Анализ микроструктуры	30
2.5 Гидротермальные испытания керамики	30
3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ	32
3.1. Кинетика спекания.....	32
3.2. Микроструктура исследуемых образцов	33
3.3. Изучение стойкости керамик к гидротермальному воздействию	36
Выводы по разделу.....	38
4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСООБЪЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	39

4.1. Общая информация.....	39
4.2. Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	39
4.2.1. Потенциальные потребители результатов исследования.....	39
4.2.2. Анализ конкурентных технических решений	40
4.2.3. SWOT-анализ	41
4.3. Планирование научно-исследовательских работ	44
4.3.1. Структура работ в рамках научного исследования	44
4.3.2. Разработка графика проведения научного исследования	45
4.4. Бюджет научно-технического исследования	48
4.4.1. Расчет материальных затрат научно-технического исследования	48
4.4.2. Расчет амортизации специального оборудования	48
4.4.3. Основная заработная плата исполнителей темы	50
4.4.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления) ...	52
4.4.5. Накладные расходы	53
4.4.6. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта	53
4.5. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования...	53
4.6. Выводы по разделу	54
5. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	55
5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	55
5.1.1. Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства	55
5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя.....	55
5.2. Производственная безопасность	56

5.2.1. Анализ вредных производственных факторов	57
5.2.2. Анализ опасных производственных факторов	60
5.3. Экологическая безопасность	64
5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях	65
5.5. Выводы по разделу	67
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА.....	68
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	69

ВВЕДЕНИЕ

Широкое распространение в качестве материала для дентальных имплантатов и эндопротезов получил диоксид циркония. Диоксид циркония обладает необходимой биоинертностью, а также превосходными механическими характеристиками – прочность на изгиб достигает 1,2 ГПа [1]. Высокая прочность обусловлена эффектом трансформационного упрочнения, которым обладает стабилизированный тетрагональный диоксид циркония [2]. Тетрагональная фаза диоксида циркония может быть получена путем введения стабилизаторов – оксидов редкоземельных металлов. Широкое распространение получил состав с ZrO_2 в композиции с 3 моль. % Y_2O_3 . В научных статьях распространено сокращенное название этого материала – Y-TZP (yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline – стабилизированный оксидом иттрия тетрагональный поликристаллический диоксид циркония).

Однако, Y-TZP присуща самопроизвольная трансформация тетрагональной фазы в моноклинную, наиболее интенсивно протекающая во влажной среде и при повышенной температуре. Самопроизвольная трансформация приводит к деградации и охрупчиванию керамики. Использование скоростных методов консолидации, как электроимпульсное плазменное спекание (ЭПС), позволяет получить стойкую к деградации керамику с минимальным размером зерна [3]. А одним из немногочисленных недостатком ИПС является трудность получения изделий сложной формы.

Изготовление изделий сложной формы из данной керамики может проводится в 2 спекания. Первое спекание предварительное. Его проводят с целью придания прочности спрессованной заготовке, необходимой для последующей фрезерной обработки. После фрезерования проводится окончательное спекание и изделие приобретает необходимую плотность и прочность. Не смотря на распространённость данного подхода, исследований влияния предварительного спекания на свойства готовых изделий из циркониевой керамики крайне мало [4, 5].

Целью работы является изучение влияния предварительного спекания на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2 , стабилизированного Y_2O_3 .

Задачи выпускной квалификационной работы:

1. Изучить влияние предварительно свободного и электроимпульсного спекания на кинетику последующего изотермического уплотнения при $1400\text{ }^\circ\text{C}$;
2. Изучить структуру изготовленной керамики и оценить влияние предварительного спекания;
3. Провести гидротермальные испытания керамики и оценить содержание моноклинной фазы.

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1. Керамика на основе Y-TZP: общие сведения, трансформационное упрочнение, применение

Чистый ZrO_2 имеет белый, желтый или серый цвет, если он содержит примеси, и обычно содержит HfO_2 , который нелегко отделить. Доказанные мировые ресурсы циркония составляют около 19 миллионов тонн, а оксид циркония обычно получают из циркониевой руды. При нормальном давлении существует три кристаллических состояния чистого ZrO_2 : моноклинный оксид циркония ($m-ZrO_2$), тетрагональный оксид циркония ($t-ZrO_2$) и кубический (кубический) оксид циркония ($c-ZrO_2$). Типы существуют в различных диапазонах температур и могут трансформироваться друг в друга:

Моноклинный диоксид циркония ($m-ZrO_2$) < 950 °C 5,65 г / куб.

Тетрагональный диоксид циркония ($t-ZrO_2$) 1200-2370 °C 6,10 г / куб.

Кубический цирконий ($c-ZrO_2$) > 2370 °C 6,27 г / куб.

Вышеупомянутые три кристаллических состояния имеют разные физические и химические свойства. В практических приложениях, чтобы получить требуемую кристаллическую форму и рабочие характеристики, обычно добавляют различные типы стабилизаторов для изготовления различных типов керамики из диоксида циркония, например, частично стабилизированный диоксид циркония (частично стабилизированный диоксид циркония, PSZ), когда стабилизатором является CaO, MgO, Y_2O_3 , они выражаются как Ca-PSZ, Mg-PSZ, Y-PSZ и т. д. соответственно. Тетрагональный диоксид циркония, состоящий из метастабильного $t-ZrO_2$, называется тетрагональным поликристаллом диоксида циркония (TZP). Когда добавленным стабилизатором является Y_2O_3 , CeO_2 , они выражаются как Y-TZP, Ce-TZP и т. д.

Диоксид циркония часто более полезен в его фазовом «стабилизированном» состоянии. При нагревании диоксид циркония претерпевает разрушительные фазовые изменения. При добавлении небольшого процента оксида иттрия эти фазовые переходы устраняются, и получаемый материал имеет превосходные термические, механические и электрические

свойства. В некоторых случаях тетрагональная фаза может быть метастабильной. Если присутствует достаточное количество метастабильной тетрагональной фазы, то приложенное напряжение, усиленное концентрацией напряжений в вершине трещины, может вызвать превращение тетрагональной фазы в моноклинную с соответствующим объемным расширением. Это фазовое превращение может затем привести к сжатию трещины, замедляя ее рост и повышая вязкость разрушения. Этот механизм известен как трансформационное упрочнение и значительно увеличивает надежность и срок службы изделий, изготовленных из стабилизированного диоксида циркония.

Превосходными свойствами обладает керамика на основе поликристаллического тетрагонального диоксида циркония, стабилизированного иттрием, (Yttrium-stabilized tetragonal zirconia, Y-TZP), состоящей только из метастабильной тетрагональной фазы. Вязкость разрушения Y-TZP достигает $15 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, а предел прочности при изгибе — 1200 МПа [6,7]. Другими отличительными свойствами Y-TZP являются низкий коэффициент трения и высокая износостойкость, химическая инертность, а также низкая теплопроводность и высокая температура эксплуатации [8– 11]. Благодаря уникальным физическим и механическим свойствам Y-TZP применяется в качестве материала для изготовления широкого класса изделий различного назначения: режущего инструмента, термобарьерных покрытий, биоинертных имплантатов, в стоматологии для изготовления зубных коронок.

1.2. Низкотемпературное разложение керамики на основе Y-TZP

Одним из немногих недостатков Y-TZP является склонность к деградации прочностных свойств под действием внешних факторов, обусловленная тетрагонально-моноклинным фазовым переходом. Наиболее интенсивно деградация протекает во влажной среде при повышенных температурах и давлении, что существенно ограничивает области применения данного материала. Это явление известно как гидротермальное старение или LTD (low-temperature degradation — низкотемпературная деградация) [7, 8, 12–14].

Испытание керамики на стойкость к LTD обычно проводят с использованием автоклава в парах воды при условиях, соответствующих требованиям двух стандартов: температура 134°C и давление 0.2 МПа; температура 180°C и давление 1 МПа. Согласно сведениям [8], 1 час ускоренного гидротермального старения при 134°C и давлении 0.2 МПа условно соответствует 3 – 4 годам *in vivo* (при использовании данного материала в качестве имплантата).

Среди основных факторов, определяющих превращение тетрагональной в моноклинную фазу при старении, выделяют размер зерен, а также сегрегацию примесных и введённых в состав керамики ионов на границах структурных элементов [15–17]. Отмечается, что температура спекания более 1350°C приводит к неоднородному распределению ионов Y^{3+} . Обеднённые ионами Y^{3+} кристаллиты выступают центрами зарождения моноклинной фазы [17].

Использование коммерческого наноразмерного порошка Y-TZP с 0.3 мол.% Al_2O_3 (TZ-PX172, Tosoh Co., Япония) с высокой удельной поверхностью (17 m^2/g), а также холодного изостатического прессования давлением 200 МПа позволило авторам работы [15] достигнуть значения плотности 99% последующим спеканием при 1250°C в течение 2 ч. При этом, керамика практически не проявила признаков LTD после испытаний в воде при температуре 140°C и давлении 0.4 МПа: после испытаний в течении 1500 дней содержание моноклинной фазы не превысило 3%.

Однако, в производстве имплантатов применяется многостадийная технология, включающая несколько этапов: прессование, предварительный отжиг, мехобработка, окончательное спекание, финишная мехобработка. При изучении стойкости керамики к LTD исследователи, как правило, опускают этап предварительного спекания и мехобработки. Уже на стадии предварительного отжига высокотемпературное воздействие может существенно сказаться на структуре и в конечном итоге на стойкости к LTD керамики на основе Y-TZP.

1.3. Влияние методов спекания на гидротермальное старение Y-TZP

1.3.1. Двухступенчатое спекание

Согласно Чену и Вангу, двухступенчатое спекание (TSS) — это метод, при котором образец сначала спекают до высокой температуры T1 для достижения промежуточной плотности, затем охлаждают до более низкой температуры T2 и выдерживают при этой температуре в течение определенного периода до полного уплотнения. Достигнут. Для TSS промежуточная плотность должна быть выше 70–75% теоретической плотности перед переходом к T2. Эти исследователи показали, что уплотнение происходит без роста зерен на втором этапе спекания. Mazaheri et al. выполнили несколько циклов спекания с 3 мол.% Y-TZP и обнаружили, что влияние TSS будет уменьшаться, если выбранные температуры T1 и T2 будут слишком близки друг к другу, например 1300 °C и 1250 °C соответственно. Исследователи утверждали, что оптимальная промежуточная плотность должна составлять не менее 83% от теоретического значения, чтобы уплотнение происходило без роста зерен.

В исследовании для определения поведения разложения в перегретом паре при 180 °C / 10 бар были выбраны два профиля спекания для 3 мол.% Y-TZP. В этом эксперименте температура T1 была установлена на 1400 °C, а T2 на 1150 °C или 1250 °C и выдерживалась в течение 1 мин и 2 ч соответственно. После гидротермального старения в течение 50 ч образцы, спеченные методом TSS, эффективно предотвращали фазовое превращение. Для спекания при более высокой температуре T2, то есть 1250 °C, модуль Юнга увеличился до 201 ГПа вместе с увеличением плотности. Этот вывод также был подтвержден работой Sutharsini et al., которые показали, что меньший размер зерна 0,29 мкм, произведенный TSS, может подавить LTD в перегретом паре при 180 °C / 10 бар в течение периода до 24 часов с минимальным обнаруженным содержанием моноклинной фазы, то есть 0,3%. Используемый ими профиль спекания был T1 при 1500 °C и T2 при 1200 °C, выдержка в течение 1 мин и 3 ч соответственно. Исследователи также сообщили, что твердость по Виккерсу (12–14 ГПа) существенно не зависит от времени выдержки при спекании и температуры

спекания TSS. Совсем недавно Wei и Gremillard модифицировали метод TSS, добавив термическую обработку после спекания на 3 мол.% Y-TZP. Они также обнаружили, что небольшой размер зерна 0,29 мкм может замедлить образование моноклинных образований, вызванное старением, по сравнению с обычными спеченными образцами, которые имели размер зерна 0,41 мкм.

1.3.2. Горячее изостатическое прессование после спекания

Горячее изостатическое прессование (ГИП) – это метод спекания, выполняемый под высоким давлением в атмосфере газообразного аргона и обычно сопровождаемый предварительным спеканием для устранения пористости. В большинстве исследований ГИП был выбран при температурах, близких или превышающих температуры предварительного спекания. Масаки, который выполнил ГИП и обработку перед спеканием Y-TZP при 1400 ° C, обнаружил, что содержание моноклинной фазы в образце ГИП оставалось примерно на 15% после старения на воздухе от 100 ° C до 500 ° C в течение периодов до 2000 г. час Эти образцы также не показали ухудшения прочности после старения. Друшиц и Шрот использовали ГИП при 1200 ° C и выполнили предварительное спекание при более высоких температурах 1370 ° C и 1460 ° C. Они обнаружили, что высокая плотность (99,7%) наряду с малым размером зерна (<0,35 мкм) была достигнута с помощью НР. Вызванное старением моноклинное зародышеобразование в образцах НР произошло только после продолжительного гидротермального старения при 90 ° C в дистиллированной воде в течение 200 часов.

1.3.3. Микроволновое спекание

Микроволновое спекание (МВ-спекание) широко используется для улучшения уплотнения диоксида циркония, особенно при низких температурах с коротким временем выдержки при спекании. Помимо получения мелкозернистой микроструктуры, МВ-спекание также оказалось эффективным

для повышения прочности на изгиб и трещиностойкости диоксида циркония по сравнению с полученным с помощью обычного метода спекания. В последние несколько десятилетий СВЧ-обработка диоксида циркония была сосредоточена на его уплотнении и механических свойствах, диэлектрических потерях, влияние токоприемников, режим нагрева и сравнение с различными методами спекания методы. В частности, микроволновое спекание Y-TZP может достигать плотности выше 98% с более коротким временем 40 минут вместо 350 минут, обычно используемых для обычного спекания. Кроме того, исключительная твердость по Виккерсу (16 ГПа) может быть достигнута за счет МВ-спекания по сравнению с CS (13,7 GPa) при той же температуре спекания из-за положительного влияния МВ-спекания на уплотнение.

Presenda et al. сравнили гидротермальное старение 3 мол.% коммерческого Y-TZP (LAVA) и Tosoh TZ3YS (LAB) керамики диоксида циркония, изготовленных с помощью МВ и свободного спекания. Эти образцы были подвергнуты ускоренному старению в паре при 125 °C / 1,6 бар в течение 200 часов, и развитие моноклинной фазы во времени показано на рис. 1.1. Tosoh TZ3YS (LAB-MW), подвергнутый микроволновому спеканию при 1200 ° C. со скоростью 100 °C / мин. в течение 10 мин не претерпел фазового превращения. Напротив, Y-TZP (LAVA), который был подвергнут MW-спеканию в тех же условиях, после старения достиг 90% моноклинной фазы. Это вызванное старением m-фазовое превращение сопровождалось шероховатостью поверхности, как показано на рис. 1.2, после выдержки в паре в течение 140 часов при 125 °C / 1,6 бар. Было обнаружено, что образец Y-TZP (LAB-MW), устойчивый к старению, сохраняет свою гладкую поверхность после старения. Модуль Юнга и твердость образца Y-TZP (LAB-MW) также не изменились и остались на уровне приблизительно 250 ГПа и 15 ГПа, соответственно. В своих недавних исследованиях авторы также обнаружили, что микроволновое спекание способствует повышению износостойкости Y-TZP.

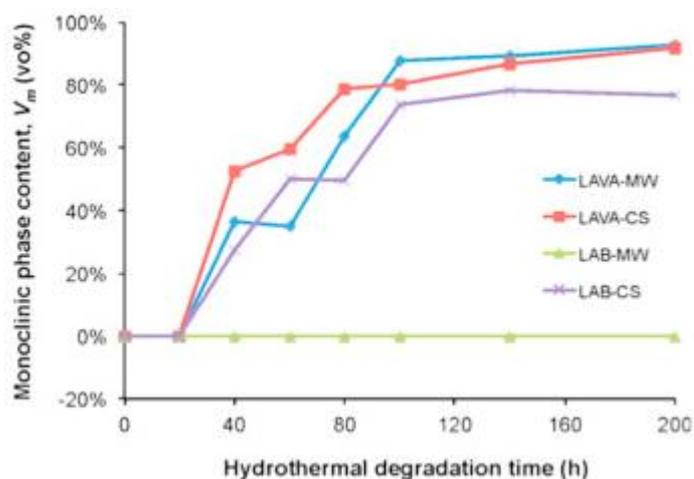


Рис. 1.1. Содержание моноклинной фазы в различных исходных порошках, подвергнутых различным методам спекания, после гидротермального старения в паре при 125 °С / 1,6 бар в течение до 200 ч.[18].

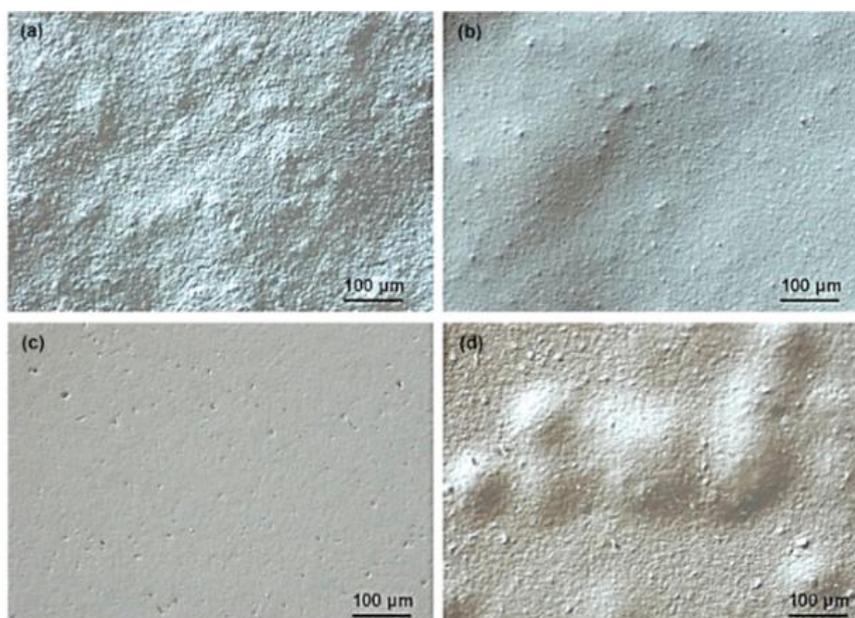


Рис. 1.2. Микроскопические изображения Номарского открытой поверхности после гидротермального старения при 125 °С / 1,6 бар в течение 140 часов. (a) LAVA-MW, (b) LAVA-CS, (c) LAB-MW и (d) LAB-CS [18].

1.3.4. Спекание в электрическом поле

Основной характеристикой электроимпульсного плазменного спекания является то, что импульсный или неимпульсный постоянный или переменный ток непосредственно проходит через графитовую матрицу, а также порошковую прессовку в случае токопроводящие образцы. Джоуле нагрев, как было

обнаружено, играет доминирующую роль в уплотнении порошковых прессовок, что приводит к достижению плотности, близкой к теоретической, при более низкой температуре спекания по сравнению с традиционными методами. Выделение тепла является внутренним, в отличие от обычного горячего прессования, где тепло обеспечивается внешними нагревательными элементами. Это обеспечивает очень высокую скорость нагрева или охлаждения (до 1000 К / мин), поэтому процесс спекания обычно очень быстрый (в течение нескольких минут). Общая скорость процесса гарантирует, что он обладает потенциалом уплотнения порошков наноразмеров или наноструктур, избегая при этом укрупнения, которое сопровождает стандартные способы уплотнения.

Другой установленный метод спекания, способный улучшить уплотнение Y-TZP, — это спекание с помощью электрического поля. Этот метод включает искровое плазменное спекание (SPS), метод спекания с помощью поля (FAST) или спекание импульсным электрическим током (PECS). Эти методы хорошо известны благодаря быстрому укреплению керамики за короткий промежуток времени. Преимуществами этих методов являются высокие скорости нагрева (600–1000 ° С / мин) и короткое время выдержки (3–5 мин), что позволяет уменьшить размер зерна спеченных тел. Например, сообщалось, что SPS со скоростью нагрева 600 ° С / мин может достичь высокой плотности (> 99%) и высокой твердости, около 14,5 ГПа. Кроме того, было обнаружено, что Y-TZP, спеченный SPS при 1200 ° С, 1250 ° С и 1300 ° С, испытывал меньший износ по сравнению с Y-TZP HIP, полученным при 1450 ° С. Исследования старения, проведенные Смирновым и соавт. показали, что Y-TZP, спеченный SPS в вакууме при 1300 ° С и скорости нагрева 600 ° С / мин, дает содержание моноклинной фазы около 20% после гидротермального старения в паре при 134 ° С / 2 бара в течение 30 часов.[8]

1.4. Влияние размера зерна на гидротермальное старение Y-TZP

Размер зерен часто связывают со стабильностью тетрагональных зерен, поскольку это влияет на упрочнение трансформации и поведение Y-TZP при

старении. Многие исследователи предположили, что существует предел критического размера зерна, превышение которого приводит к переходу из тетрагональной фазы в моноклинную.

Масаки [19], который изучал поведение Y-TZP при старении, подвергая образцы воздействию горячего воздуха при 200 ° C в течение 2000 часов, обнаружил, что фазовое превращение t в m подавлялось в образцах с размером зерна менее 0,5 мкм. Чен и Лу [20] предложили карту старения для описания поведения LTD Y-TZP в воздухе и воде. Они варьировали температуру старения от 100 ° C до 500 ° C в течение различных периодов времени (30 часов на воздухе и 1 неделя в воде) и обнаружили, что критический размер зерна для воздуха составляет 0,52 мкм, а для воды - 0,37 мкм. Этот результат ясно указывает на то, что гидротермальное старение становится более серьезным при воздействии горячей воды или пара, чем на воздухе. Таким образом, большинство исследований LTD сосредоточено на экспонировании образцов диоксида циркония в гидротермальных условиях, особенно в условиях перегретого пара.

1.5. Влияние легирующих примесей на уплотнении Y-TZP

Легирующие добавки играют важную роль в уплотнении керамики из-за увеличения концентрации вакансий. Легирующие добавки имеют тенденцию сегрегировать на границах зерен. Эта тенденция усиливается, когда разница между ионным радиусом, валентным состоянием, химическим сродством и кристаллической структурой легирующих добавок и оксида-хозяина велика. Затем при превышении предела растворимости допанта образуются вторые фазы. В этом исследовании не наблюдалось расслоения оксида алюминия по границам зерен Y-TZP, когда его концентрация не превышала 0,25%. Сегрегация оксида алюминия на границе зерен, образующая вторичную фазу, наблюдалась для керамики TZP с концентрацией оксида алюминия 20 мас.%. Содержание глинозема до 0,25 мас.% ускоряет подвижность границ зерен и приводит к некоторому увеличению размера зерен Y-TZP. Это было связано с эффектом поглотителя примесей SiO₂, всегда присутствующих в порошке TZP в

небольших количествах, что, как известно, снижает подвижность границ зерен. Однако в случае более высоких количеств оксида алюминия, присутствующего в микроструктуре в качестве второй фазы, эта добавка замедляет подвижность границ зерен из-за закрепления. Более высокие температуры спекания требовались для уплотнения Y-TZP с небольшим содержанием глинозема (0,01 мас.%). Скорость спекания Y-TZP контролируется диффузией катионов, потому что она медленнее, чем диффузия кислорода [21]. Мацуи [22] объяснил усиленное влияние оксида алюминия на уплотнение Y-TZP изменением основного механизма диффузии с межзеренной диффузии на объемную диффузию.

Настоящее исследование показывает, что добавление оксида железа в качестве легирующей примеси способствует уплотнению Y-TZP. Повышенная концентрация кислородных вакансий в Al_2O_3 из-за растворимости Fe_2O_3 (растворимость в TZP 4–6% по [23]) и частичное восстановление Fe^{3+} до Fe^{2+} , скорее всего, ответственны за этот эффект.

2. Материал и методики исследований

2.1. Материал исследований

В качестве материала исследований использовали коммерческий порошок марки TZ-3YSB-E (Tosoh).

Компания Tosoh является крупнейшим в мире производителем химически производимого высокочистого порошка диоксида циркония.

В таблицах 2.1 и 2.2 представлены данные о химическом составе и основных физических свойствах порошка TZ-3YSB-E, которые доступны на веб-сайте производителя [24].

Таблица 2.1. Химический состав TZ-3YSB-E

ZrO ₂ +HfO ₂ +Y ₂ O ₃ , мас.%	Y ₂ O ₃ , мас.%	Al ₂ O ₃ , мас.%	SiO ₂ , мас.%	Fe ₂ O ₃ , мас.%	Na ₂ O, мас.%	Потери при прокаливании (1000 °C), мас.%
>99.9	5.15±0.20	0.25±0.10	≤0.02	≤0.01	≤0.04	3.3±0.6

Таблица 2.2. Физические характеристики НП TZ-3YSB-E

Размер кристаллитов (нм)	Размер частиц D(50) (мкм)	Размер гранул D(50) (мкм)	Насыпная плотность (г/см ³)	Твердость (HV10)	Теоретическая плотность (г/см ³)
36	0.6	60	1,2	1250	6,1

2.2. Изготовление образцов

Компактирование проводили по схеме одноосного одностороннего прессования в стальной цилиндрической пресс-форме диаметром 14 мм при давлении 75 МПа. Масса навески составляла 2 г.

Предварительное свободное спекание спрессованных образцов проводили при 1100, 1150 и 1200 °C, выдержка 1 ч., скорость изменения температуры 200 °C/ч.

Для свободного атмосферного спекания использовали высокотемпературную лабораторную печь LHT 08/18 (Nabertherm).

Искровое плазменное спекание проводили в вакууме на установке SPS 515S (SPS Syntex) в цилиндрической графитовой пресс-форме с внутренним диаметром 14 мм. Для удаления органической связки исходный порошок перед ИПС отжигали на воздухе при 600 °С в течении 2 ч. Масса навески составляла 3 г. Давление прессования 75 МПа. ИПС проводили при температурах 950 и 1000 °С. Скорость нагрева и охлаждения составляла 100 °С/мин. При нагреве, за 50 °С до заданной температуры спекания скорость нагрева снижали до 50 °С/мин, а за 3 °С до 3 °С/мин. Изотермическая выдержка составляла 1 мин.

Плотность прессовок и предварительно спеченных образцов определяли на основании измерений микрометром и взвешиваний на аналитических весах. При расчете относительной плотности прессовок была проведена коррекция массы на величину содержания в порошке органической связки (3 %).

Последующее (окончательное) спекание проводили при 1400 °С с выдержкой 0, 2 и 6 ч. Скорость нагрева до 1100 °С составляла 200 °С/ч, от 1100 °С до 1400 °С – 100 °С/ч. Для того чтобы получить наиболее достоверные значения плотности образца в заданный момент изотермической выдержки и минимизировать уплотнение при охлаждении печи, нагреватели отключали.

Для расчета плотности образцов после спекания при 1400 °С использовали результаты гидростатического взвешивания в дистиллированной воде. За теоретическое значение плотности для Y-TZP приняли 6,1 г/см³.

Метод гидростатического взвешивания – это метод измерения относительной плотности объектов неправильной формы. Принцип метода гидростатического взвешивания заключается в использовании закона Архимеда для расчета относительной плотности неправильных объектов, а в качестве рабочего инструмента требуются электронные весы.

Согласно принципу закона Архимеда: когда объект погружен в жидкость, подъемная сила объекта равна массе жидкости, которую он вытесняет. Из математической теории может быть известно, что масса жидкости, вытесняемой объектом в жидкости, равна массе, уменьшенной объектом после плавучести в жидкости. Поэтому используйте весы, чтобы взвесить массу объекта в воздухе и

массу жидкости, и вычтите эти две, чтобы получить массу объекта с тем же объемом жидкости.

Определение плотности (ρ_1) методом гидростатического взвешивания осуществляют по результатам двух измерений массы исследуемого предмета. Сначала в воздушной среде, затем в жидкости, с известной собственной плотностью (ρ_2). Обычно в качестве жидкости используют воду, например, дистиллированную. Первое взвешивание позволяет определить массу предмета (m_1), а второе (m_2), по разности обоих взвешиваний, позволяет вычислить объём [25, 26]:

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_2}$$

Плотность исследуемого предмета вычисляется по формуле:

$$\rho_1 = \frac{m_1}{V}$$

2.3. Изучение кинетики спекания

Для расчёта длительности изотермического спекания при заданных температурах использовали уравнение, предложенное В.А. Ивенсеном [27]:

$$V = V_H(qm\tau + 1)^{-1/m} \quad (1)$$

где V – относительный объем пор в текущий момент времени, V_H – относительный объем пор в начале изотермической выдержки, τ – продолжительность изотермической выдержки, q и m – постоянные, зависящие от температуры спекания и свойств порошка. Коэффициент m в уравнении отражает интенсивность снижения скорости сокращения объёма пор, а коэффициент q соответствует значению скорости относительного сокращения объёма пор в момент начала изотермической выдержки [27].

Для нахождения константы m определяли отношение объемов пор до (V_p) и после (V_c) спекания при изотермической выдержке 0 ч, τ_1 -2 ч и τ_2 -6 ч.

Приняв $V_c/V_n = V_n$ для начала изотермической выдержки, V_1 – для τ_1 , V_2 – для τ_2 , значение константы m рассчитывали по формуле:

$$\frac{(V_n/V_2)^{m-1}}{(V_n/V_1)^{m-1}} = \tau_2/\tau_1 \quad (2)$$

Значение константы q рассчитывали по уравнению:

$$q = \frac{(V_n/V_1)^{m-1}}{m(\tau_2-\tau_1)} \quad (3)$$

2.4. Анализ микроструктуры

Изучение структуры проводилось на свободной поверхности образца, механическая обработка проводилась с использованием шлифовально-полировальный станок Buehler®AutoMet™250. Изображения микроструктуры получали помощью сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM-7500FA. СЭМ-изображения использовали для измерения размера зерен спеченной керамики с использованием программного обеспечения JMicroVision. Для распределения измеряли площадь отдельных зерен S , с за значение диаметра зерна принимали $D=S^{1/2}$. Приведенные размеры зерна являются измеренными значениями, полученными по меньшей мере из 300 зерен.

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония) на отполированной поверхности в диапазоне углов (от 23 до 97 ° по 2θ) с использованием метода Ритвельда в свободно распространяемом программном обеспечении "PowderCell". При уточнении использовали соответствующие PDF файлы тетрагональной фазы (PDF Card - 01-075-9648) и моноклинной (PDF Card - 00-065-0687).

2.5 Гидротермальные испытания керамики

Испытание керамики на стойкость к гидротермальному воздействию проводили с использованием автоклава в парах воды при условиях, соответствующих требованиям стандарта: температура 134°C и давление 0,2

МПа; Продолжительность испытаний по стандарту (при 134°C) составляла 10. Согласно сведениям, 1 час ускоренного гидротермального старения при 134°C и давлении 0,2 МПа условно соответствует 3–4 годам *in vivo* (при использовании данного материала в качестве имплантата).

Оценку относительного объемного содержания моноклинной фазы (V_m) в образцах определяли по общепринятой формуле [28]:

$$V_m = \frac{1.311X_m}{1+0.311X_m} \quad (4)$$

Значение интегрального отношения интенсивностей X_m определяли непосредственно из дифракционной диаграммы с использованием уравнения Гарви и Николсона:

$$X_m = \frac{I_m^{-111} + I_m^{111}}{I_m^{-111} + I_m^{111} + I_t^{101}} \quad (5)$$

где I – это интегральная интенсивность, а индексы m и t указывают на моноклинную и тетрагональную фазы.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Кинетика спекания

Методом одноосного одностороннего прессования изготовили прессовки при давлении 75 МПа. Относительная плотность прессовок равна $0,43 \pm 0,005$.

Предварительное свободное спекание проводили в рекомендованном диапазоне температур 1100 – 1200 °С в течении 1 ч. [29]. Относительная плотность образцов после предварительного спекания увеличивается с 0,48 до 0,57 при увеличении температуры с 1100 °С и 1200 °С, соответственно.

Электроимпульсное плазменное спекание проводили при 950 и 1000 °С в течении 1 мин. Относительная плотность образцов составляет 0,53 и 0,56 для 950 и 1000 °С, соответственно.

Таблица 3.1. Температура предварительного спекания (T), относительная плотность ρ после предварительного спекания; относительная плотность ρ_0 в момент начала изотермической выдержки, ρ_2 – поле 2 ч., ρ_6 – после 6 ч.; значения констант m , q и выдержки τ до $\rho = 0,99$ при $T = 1400$ °С

Предварительное спекание	T , °С	ρ	ρ_0	ρ_2	ρ_6	m	q	τ , ч
-	-	$0,43 \pm 0,005$	0,916	0,975	0,984	2,083	2,950	14
Свободное спекание	1100	$0,48 \pm 0,005$	0,921	0,979	0,989	1,81	3,27	7
	1150	$0,50 \pm 0,005$	0,922	0,978	0,986	2,06	3,52	9
	1200	$0,56 \pm 0,005$	0,923	0,977	0,986	1,874	2,650	9
Электроимпульсное плазменное спекание	950	$0,53 \pm 0,005$	0,943	0,985	0,996	0,502	0,951	3
	1000	$0,56 \pm 0,005$	0,972	0,99	0,999	0,003	0,520	2

Ошибка измерения плотности керамики составляет $\pm 0,003$.

В таблице 3.1. представлены результаты кинетики изотермического спекания при 1400 °С. Предварительное спекание приводит к увеличению ρ_0 в момент начала изотермической выдержки и снижению интенсивности снижения скорости сокращения объёма пор m . В особенности это эффект наблюдается для образцов после электроимпульсного плазменного спекания. Расчет времени изотермической выдержки для достижения 99 % плотности показал, что предварительно спеченные образцы требуют меньшего времени последующего

спекания. Необходимое время составляет 14 ч. для исходной прессовки. Для свободного предварительного спекания при 1100 °С необходимая выдержка при 1400 °С составляет 9 ч., а при предварительном ЭПС при 950 и 1000 °С – 3 и 2 ч., соответственно.

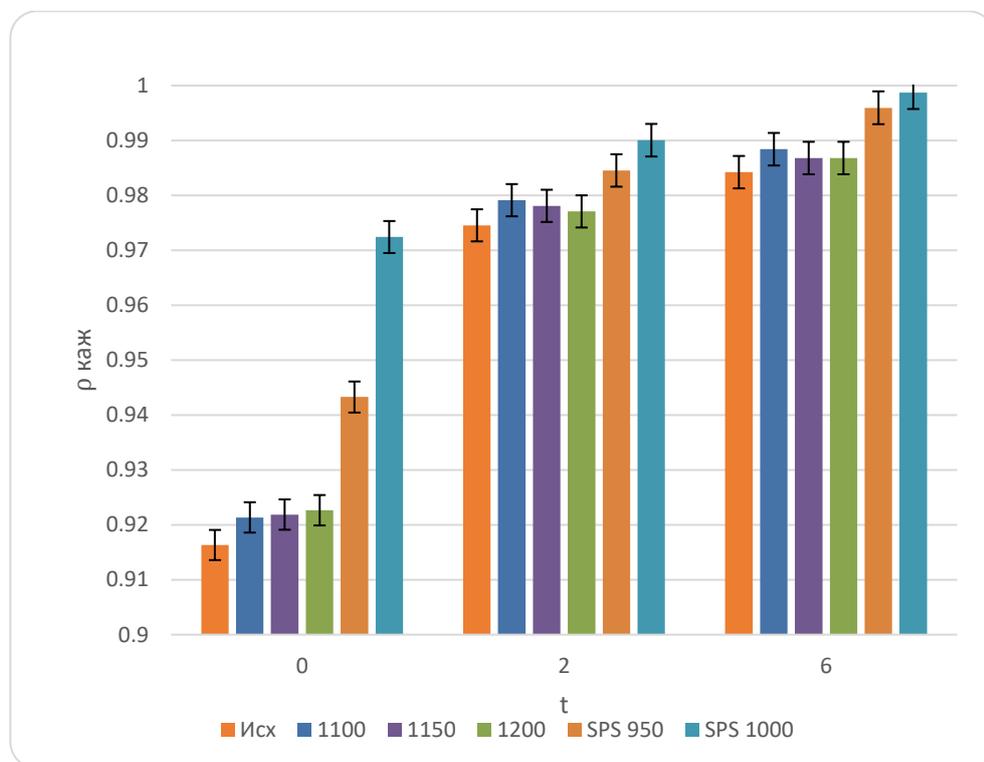


Рис. 3.1. – Относительная плотность керамики в зависимости от времени изотермического спекания при 1400 °С

Таким образом, предварительно спеченные образцы требуют меньшего времени последующего спекания.

3.2. Микроструктура исследуемых образцов

Отполированные образцы отжигали на воздухе при 1200 °С в течении 1 ч. чтобы проявить границы зерен. Изучение микроструктуры проводили с помощью сканирующей электронной микроскопии. Все полученные материалы обладают микроструктурой, состоящую из приблизительно равноосных зерен. Средние размеры зерен и условия спекания приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2. Условия спекания, относительная плотность и средний размер зерна

Предварительное спекание	Температура предварительного спекания (°С) и время спекания	Температура свободного спекания (°С) и время спекания (ч)	Плотность	Средний размер зерна (нм)
-	-	1400 и 6	0,984±0,003	240±100
Свободное спекание	1100 и 1 ч	1400 и 6	0,989±0,003	260±100
Электроимпульсное плазменное спекание	1000 и 1 мин	1400 и 2	0,990±0,003	230±90
	1000 и 1 мин	1400 и 6	0,999±0,003	240±90

Проведенные измерения показали, что исследуемые образцы состоят примерно из зерен одного размера. Предварительное спекание на воздухе приводит к увеличению среднего размера зерна с 240 до 260 нм. А использование предварительно ЭПС позволяет получить 99 % плотности уже после 2 ч спекания при 1400 °С со средним размером зерна 230 нм. На рисунке 3.2 представлено распределение размеров зерен, в образцах спеченных.

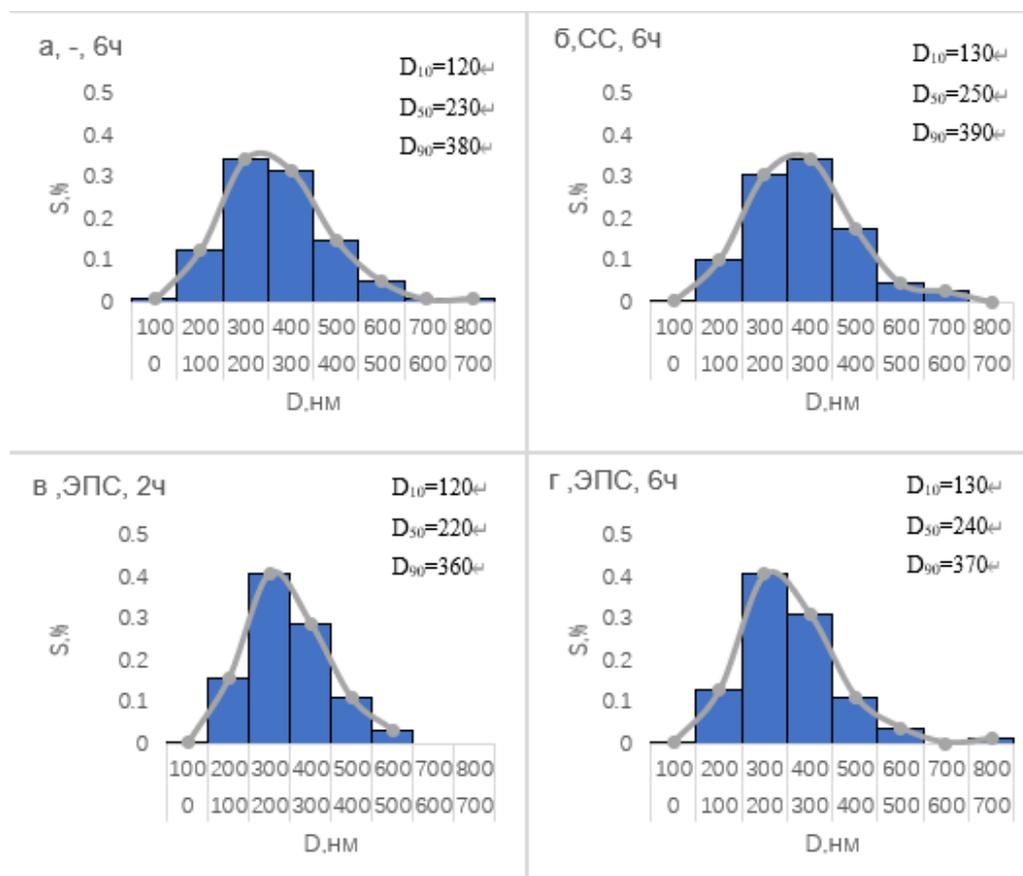


Рис 3.2. Распределение размеров зерен, в образцах спеченных при 1400 °С в течении 6 ч (а, б, г) и 2 ч (в). А – предварительное спекание при 1100 °С в течении 1 ч, б – без предварительного спекания, в, г – предварительное ЭПС при 1000 в течении 1 мин.

Типичная микроструктура спеченных образцов показана на рисунке 3.3. На полученном СЭМ-изображении видна микроструктура с примерно равноосными зернами.

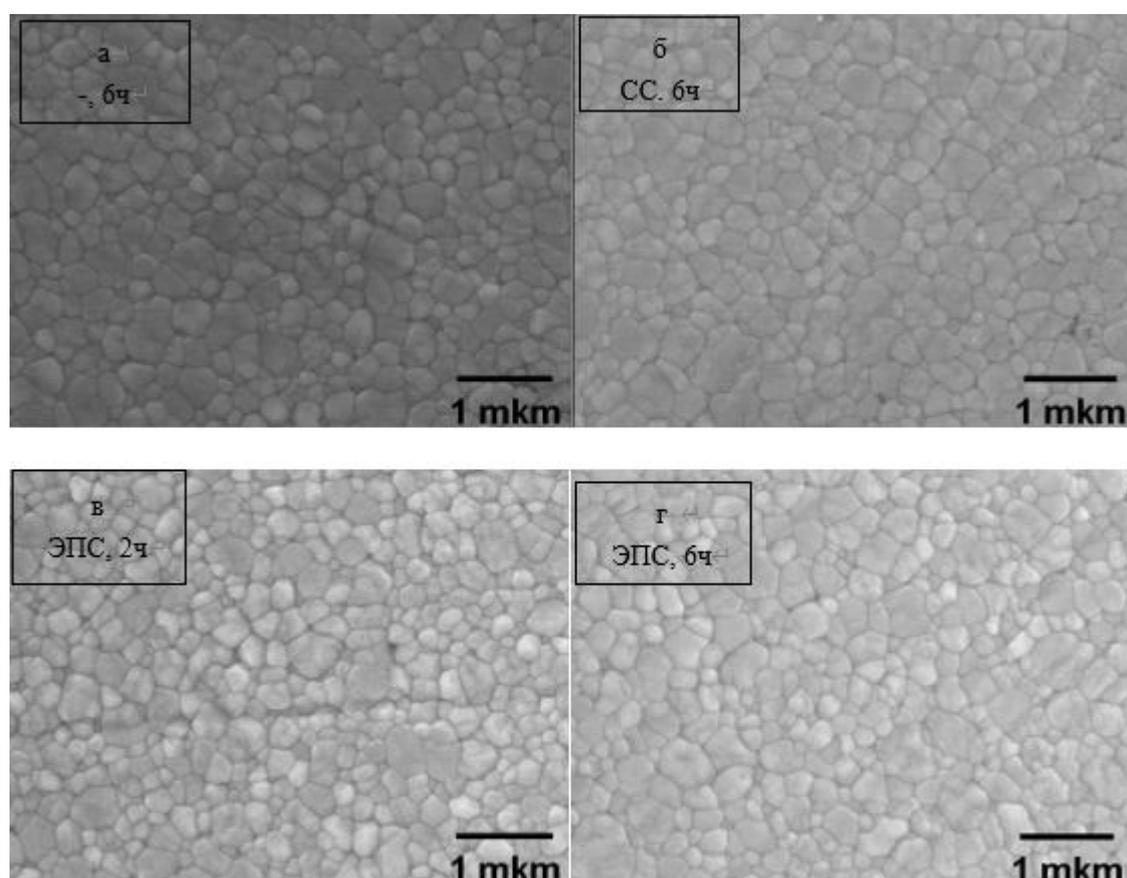


Рис 3.3. Микроструктура спеченной керамики. СЭМ. 1400 °С в течении 6 ч (а, б, г) и 2 ч (в). А – предварительное спекание при 1100 °С в течении 1 ч, б – без предварительного спекания, в, г – предварительное ЭПС при 1000 в течении 1 мин.

Изучение исходного фазового состава керамических образцов, показало, что наиболее достоверные (с минимальным параметром ошибки R_{wp}) результаты обработки дифрактограмм достигаются в предположении о наличии в этих материалах двух типов тетрагональных фаз (t_1 и t_2), отдельно учитываемых по

условному критерию: фаза t_1 – с низкой степенью тетрагональности ($c/a < 1.0141$) и фаза t_2 – с высокой степенью тетрагональности ($c/a > 1.0141$) [30].

Результаты исследования кристаллической структуры показали, что продолжительность спекания влияет на параметры кристаллической структуры и степень тетрагональности основной (t_1) фазы. Для всех образцов, спеченных в течении 6 ч., степень тетрагональности c/a t_1 -фазы равна 1,016, тогда как образец, спеченный в течении 2 ч. $c/a = 1,015$. Содержание t_1 фазы находится в диапазоне от 59 до 72 %.

Таблица 3.3. Результаты уточнения структуры методом Ритвельда исследуемых образцов. Температура предварительного спекания T_1 ($^{\circ}\text{C}$) и время спекания τ_1 ; Температура свободного спекания T_2 ($^{\circ}\text{C}$) и время спекания τ_2 (ч)

Пред. спекание	T_1 ($^{\circ}\text{C}$) и τ_1	T_2 ($^{\circ}\text{C}$) и τ_2 (ч)	t_1 -фаза				t_2 -фаза				Rwp
			%	a, Å	c, Å	c/a	%	a, Å	c, Å	c/a	
-	-	1400 и 6	68	5,098	5,178	1,016	32	5,123	5,160	1,007	15,5
Свободное спекание	1100 и 1 ч.	1400 и 6	59	5,097	5,179	1,016	41	5,118	5,163	1,009	14,6
ЭПС	1000 и 1 мин.	1400 и 2	72	5,098	5,175	1,015	28	5,120	5,164	1,009	16,6
	1000 и 1 мин.	1400 и 6	61	5,097	5,179	1,016	39	5,118	5,163	1,009	15,5

Таким образом, спеченная керамика состоит из равноосных зерен. Предварительное спекание на воздухе приводит к увеличению среднего размера зерна с 240 до 260 нм. Степень тетрагональности спеченных образцов при 1400 $^{\circ}\text{C}$ в течении 6 ч. равна 1,015. Использование предварительно ЭПС позволяет получить 99 % плотности уже после 2 ч. спекания при 1400 $^{\circ}\text{C}$ со средним размером зерна 230 нм и степенью тетрагональности основной фазы 1,015.

3.3. Изучение стойкости керамик к гидротермальному воздействию

Испытание керамики на стойкость к гидротермальному воздействию проводили с использованием автоклава в парах воды при условиях, соответствующих требованиям стандарта: температура 134 $^{\circ}\text{C}$ и давление 0,2

МПа; Продолжительность испытаний по стандарту (при 134°C) составляла 10 ч. Результаты представлены в таблице 3.4.

Фазовый переход $t \rightarrow m$ наблюдался во всех образцах. После 10 часов гидротермального воздействия в образцах, спеченных при 1400 °С с выдержкой 6 ч. содержание моноклинной фазы практически одинаковое – 10-11 об. %. Минимальное содержание m-фазы в образце после 2 ч. спекания – 2 об. %. Полученные результаты хорошо согласуются со степенью тетрагональности и размером зерен.

Таблица 3.4. Результаты гидротермальных испытаний

<i>Пред. спекание</i>	T ₁ (°С) и τ_1	T ₂ (°С) и τ_2 (ч)	Содержание моноклинной фазы V _m , об. %	Степень тетрагональности, а/с	Плотность	Средний размер зерна (нм)
-	-	1400 и 6	11	1,016	0,984±0,003	240±100
Свободное спекание	1100 и 1 ч.	1400 и 6	10	1,016	0,989±0,003	260±100
ЭПС	1000 и 1 мин.	1400 и 6	2	1,015	0,990±0,003	230±90
		1400 и 2	11	1,016	0,999±0,003	240±90

Таким образом, предварительное свободное спекание не ухудшает гидротермальную стойкость керамики. А использование предварительного электроимпульсного плазменного спекания позволяет сократить время последующего свободного спекания и увеличить гидротермальную стойкость в 5 раз.

Выводы по разделу

Предварительное спекание существенным образом влияет на кинетику спекания при 1400 °С, снижая необходимую выдержку. Необходимое время составляет 14 ч. для исходной прессовки. Для свободного предварительного спекания при 1100 °С необходимая выдержка при 1400 °С составляет 9 ч., а при предварительном ЭПС при 950 и 1000 °С – 3 и 2 ч., соответственно.

Спеченная керамика состоит из равноосных зерен. Предварительное свободное спекание приводит к увеличению среднего размера зерна с 240 до 260 нм. Степень тетрагональности спеченных образцов при 1400 °С в течении 6 ч. равна 1,015. Использование предварительно электроимпульсного плазменного спекания позволяет получить 99 % плотности уже после 2 ч. спекания при 1400 °С со средним размером зерна 230 нм и степенью тетрагональности основной фазы 1,015.

Предварительное свободное спекание не ухудшает гидротермальную стойкость керамики, а использование предварительного электроимпульсного плазменного спекания позволяет сократить время последующего свободного спекания и увеличить гидротермальную стойкость в 5 раз.

4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

4.1. Общая информация

Целью данной ВКР является изучение влияния предварительного спекания керамики на структуру и свойства керамики на основе тетрагонального ZrO_2 , стабилизированного Y_2O_3 .

Основная цель данного раздела – оценить перспективность развития и планировать финансовую и коммерческую ценность конечного продукта, представленного в рамках исследовательской работы.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- Оценка коммерческого потенциала разработки.
- Планирование научно-исследовательской работы.
- Расчет бюджета научно-исследовательской работы.
- Определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

4.2. Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.2.1. Потенциальные потребители результатов исследования

Используя метод сегментирования, разделим потребителей разработки о покрытиях различного состава. Основные критерии сегментирования потребителей на рынке разработок покрытия различного состава:

- 1) географический
- 2) отрасль
- 3) размер компании потребителя

Представим характеристику выбранных компаний потребителей нашей разработки. Компания «Smith & Nephew» находится в Великобритании, отрасль Медицинская промышленность.

Компания «Dow Technology» находится в КНР, отрасль Медицинская промышленность.

Компания «Torch Electronics», находится КНР, отрасль Медицинская промышленность.

Например, сегментировать рынок услуг по разработке для производства биоинертных эндопротезов суставов, зубных коронок можно по следующим критериям: размер компании-заказчика, вид производства имплантаты (рис. 4.1.).

		вид производства имплантаты			
		Высокое качество	Надёжность	Долго вечность	Приемлемые цены
размер компании	Крупные				
	Средние				
	Мелкие				

Рисунок 1 Карта сегментирования рынка эндопротезов:



4.2.2. Анализ конкурентных технических решений

В процесс исследования рассматривались две конкурирующие разработки:

1) Изучение кинетики изотермического спекания образцов на основе диоксида циркония и нановолокон оксида алюминия.

2) Изучение кинетики изотермического спекания образцов на основе диоксида циркония и нановолокон оксида меди.

В таблице 4.2. представлено сравнение разработок-конкурентов и разработки данного НИ с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности.

Таблица 4.2. – Сравнение конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8

Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. устойчивость к старению	0,15	5	2	3	0,75	0,3	0,45
2. Высокая прочность	0,05	5	3	2	0,25	0,15	0,1
3. вязкость разрушения	0,1	4	1	3	0,4	0,1	0,3
4. Коррозионная стойкость	0,08	5	3	4	0,4	0,24	0,32
5. Безопасность	0,02	5	5	5	0,1	0,1	0,1
6. Эффективность работы	0,06	5	2	2	0,3	0,12	0,12
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Реализация продукта	0,1	5	3	4	0,5	0,5	0,5
2. Уровень охвата рынка	0,14	4	5	3	0,56	0,5	0,42
3. Предполагаемая цена	0,09	4	3	3	0,45	0,45	0,27
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,1	5	3	4	0,5	0,3	0,4
5. Финансирование научной разработки конкурентных товаров и разработок	0,05	5	4	4	0,25	0,2	0,2
6. Срок выхода на рынок	0,03	5	4	5	0,15	0,15	0,15
7. Наличие сертификации разработки	0,03	5	5	4	0,15	0,12	0,12
Итого	1	62	43	46	4,76	3,23	3,45

В результате проведенного анализа можно сделать вывод, что предлагаемое в данной ВКР решение обладает конкурентоспособностью.

4.2.3. SWOT-анализ

Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде. Дадим трактовку каждому из этих понятий. Результаты первого этапа SWOT-анализа представлены в таблице 4.3.

Таблица 4.3. - Матрица SWOT

Сильные стороны научно-исследовательского проекта:	Слабые стороны научно-исследовательского проекта:
С1. Низкая стоимость исходного сырья	Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки
С2. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции	Сл2. Невысокие объемы производства
С3. Взаимосвязи ТПУ с потенциальными заказчиками	Сл3. Риск нарушения правил безопасности и возникновения различных непредвиденных ситуаций
С4. Экологичность технологии	Сл4. Вероятность получения брака
С5. Квалифицированный персонал	Сл5. Большой срок поставок материала, используемого при проведении научного исследования
Исследовательское оборудование на базе ТПУ	

<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ</p> <p>В2. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В3. Внедрение технологии в производство</p> <p>В4. Участие в грантах</p> <p>В5. Выход на зарубежные рынки</p>	<p>Угрозы:</p> <p>У1. Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок</p> <p>У2. Разработка новых технологий конкурентами и снижение цен</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений. Интерактивная матрица проекта, описывающая связь сильных сторон проекта с возможностями представлена в таблице 3. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-». Пример интерактивной матрицы проекта представлен в таблице 4.4.

Таблица 4.4. - Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта						
		С1	С2	С3	С4	С5
Возможности проекта	В1	-	-	-	-	-
	В2	-	+	-	-	-
	В3	-	+	-	+	-
	В4	-	+	-	+	-
	В5	+	+	-	-	-
Угрозы проекта	У1	+	+	-	-	-
	У1	-	-	-	-	-
Слабые стороны проекта						
		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
Возможности проекта	В1	-	-	-	+	-
	В2	-	-	-	-	-
	В3	-	-	-	-	-
	В4	-	-	-	-	-

	B5	-	-	-	-	-
Угрозы проекта	У1	-	-	-	+	-
	У1	-	+	-	-	-

Третий этап. Составляется итоговая матрица SWOT-анализа, которая приводится в бакалаврской работе (таблица 4.5).

Таблица 4.5. - SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта</p> <p>C1. Низкая стоимость исходного сырья</p> <p>C2. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции</p> <p>C3. Взаимосвязи ТПУ с потенциальными заказчиками</p> <p>C4. Экологичность технологии</p> <p>C5. Квалифицированный персонал</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта</p> <p>Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки</p> <p>Сл2. Невысокие объемы производства</p> <p>Сл3. Риск нарушения правил безопасности и возникновения различных непредвиденных ситуаций</p> <p>Сл4. Вероятность получения брака</p> <p>Сл5. Большой срок поставок материала, используемого при проведении научного исследования</p>
<p>Возможности</p> <p>В1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ</p> <p>В2. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В3. Внедрение технологии в производство</p> <p>В4. Участие в грантах</p> <p>В5. Выход на зарубежные рынки</p>	<p>Направления развития</p> <p>В2С2. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции позволит расширить спрос</p> <p>В3С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции и экологичность технологии являются основанием для внедрения технологии в производство</p> <p>В4С2С4. Высокий уровень физико- и термомеханических свойств продукции и экологичность технологии позволит участвовать в грантах</p> <p>В5С1С2. Низкая стоимость исходного сырья и высокий уровень физико-механических свойств продукции является хорошим основанием для выхода на зарубежные рынки</p>	<p>Сдерживающие факторы</p> <p>В1Сл4. Новейшее оборудование позволит на ранних стадиях исследование выявить и предотвратить появление брака</p>
Угрозы	Угрозы развития	Уязвимости:

У1. Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок У2. Разработка новых технологий конкурентами и снижение цен	У1С1С2. Более ускоренные темпы разработки и производства и поиск технологического решения для ускорения технологического процесса	У2Сл2. Разработка новых технологий для увеличения объема производства У1Сл4. Введение систем совершенствования производственных процессов для снижения брака
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

SWOT-анализа позволил определить факторы отрицательно влияющие на продвижение разработки на рынок. К таким факторам относится:

- 1) Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки
- 2) Сл2. Невысокие объемы производства
- 3) Большой срок поставок материала, используемого при проведении научного исследования
- 4) Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок
- 5) Разработка новых технологий конкурентами и снижение цен

Отрицательное влияние факторов возможно устранить с помощью внедрения ии уже есть возможности для их устранения. Результаты анализа учтены в дальнейшей научно-исследовательской разработке.

4.3. Планирование научно-исследовательских работ

4.3.1. 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 4.6

Таблица 4.6 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель
	2	Календарное планирование выполнения ВКР	Студент-инженер, научный руководитель
	3	Обзор научной литературы	Студент-инженер

Выбор способа решения поставленной задачи	4	Выбор методов исследования	Студент-инженер, научный руководитель
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	Студент-инженер, научный руководитель
	6	Проведение эксперимента	Студент-инженер
Обобщение и оценка результатов	7	Анализ полученных результатов НИР	Студент-инженер, научный руководитель
	8	Оценка эффективности результатов	Научный руководитель
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	9	Составление пояснительной записки	Студент-инженер
	10	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Студент-инженер
	11	Социальная ответственность	Студент-инженер

4.3.2. Разработка графика проведения научного исследования

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

$$t_{ожи} = \frac{3t_{мини} + 2t_{макси}}{5}, \quad (1)$$

где $t_{ожи}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, человеко-дни;

$t_{мини}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, человеко-дни;

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

Исходя из рассчитанной ожидаемой трудоемкости работ, была определена продолжительность каждого этапа работы (в рабочих днях T_p), учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, а также возможность выполнения нескольких видов работ в один временной

промежуток. Далее с помощью формулы 2 рассчитана продолжительность одной работы в рабочих днях:

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{Ч_i}, \quad (2)$$

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

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

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

Расчеты временных показателей проведения научного исследования обобщены в таблице 4.7.

Таблица 4.7. – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ						Длительность работ в рабочих днях T_{pi}		Длительность работ в календарных днях T_{ki}	
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ожі}$, чел-дни		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2				
1. Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	1		5		2.6		2.6		4	
2. Календарное планирование выполнения ВКР	1	1	4	4	2.2	2.2	2.2	2.2	3	3
3. Обзор научной литературы		3		8		5		5		8
4. Выбор методов исследования	2	2	5	5	3.2	3.2	3.2	3.2	5	5
5. Планирование эксперимента	2	2	10	10	5.2	5.2	5.2	5.2	8	8
6. Проведение эксперимента		20		60		28		36		54

7. Анализ полученных результатов НИР	5	5	10	10	7	7	7	7	11	11
8. Оценка эффективности результатов	4		8		5.6		5.6		8	
9. Составление пояснительной записки		4		10		6.4		6.4		10
10. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение		4		10		6.4		6.4		9
11. Социальная ответственность		4		10		6.4		6.4		9
Итого							22.5	77.8	39	117

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

На основе таблицы составлен календарный план-график выполнения проекта с использованием диаграммы Ганта (таблица 4.8.).

Таблица 4.8. – Диаграмма Ганта

№	Вид работ	Исп	T _{кi} кал. дн.	март			апр			май					
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
				1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Научный руководитель	4								
2	Календарное планирование выполнения ВКР	Студент-инженер, научный руководитель	3												
3	Обзор научной литературы	Студент-инженер	8												
4	Выбор методов исследования	Студент-инженер, научный руководитель	5												
5	Планирование эксперимента	Студент-инженер, научный руководитель	8												
6	Проведение эксперимента	Студент-инженер	54												
7	Анализ полученных результатов НИР	Студент-инженер, научный руководитель	11												
8	Оценка эффективности результатов	Научный руководитель	8												

№	Вид работ	Исп	Т Кі кал. дн.	март			апр			май			
				2	3	1	2	3	1	2	3		
				9	Составление пояснительной записки	Студент-инженер	10						
10	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Студент-инженер	9										
11	Социальная ответственность	Студент-инженер	9										

Примечание:

||||| – Исп 1 (научный руководитель)

▒ – Исп 2 (студент-инженер)

4.4. Бюджет научно-технического исследования

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

4.4.1. Расчет материальных затрат научно-технического исследования

Материальные затраты отражают стоимость приобретенных материалов и сырья, которые входят в состав вырабатываемой продукции, образуя ее основу, или являются необходимыми компонентами при изготовлении продукции (таблица 4.9).

Таблица 4.9. Затраты на получение образца

Наименование статей	Кол-во/1 изд	Цена, руб./кг	Итого затраты, руб.
Порошок оксида циркония ГОСТ 21907 - 76, кг	0,1	8000	800
Нановолокон Al ₂ O ₃ , кг	0,001	81767,5	81.8
Порошок Оксида иттрия с сас по 1314-36-9 ,кг	0,003	7000	21
Перчатки резиновые, технические ГОСТ 20010-93, пар	1	12	12
Итого:			914.8

В сумме материальные затраты составили 914.8рублей.

4.4.2. Расчет амортизации специального оборудования

Расчет амортизации производится на находящееся в использовании оборудование. В итоговую стоимость проекта входят отчисления на

амортизацию за время использования оборудования в статье накладных расходов (таблица 4.10.).

Таблица 4.10. – Затраты на оборудование

№	Наименование оборудования	Кол-во, шт.	Срок полезного использования, лет	Цены единицы оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость оборудования, тыс. руб.
1	Ноутбук	1	3	50	50
2	Аналитические весы DA-124	1	3	86	86
3	Ультразвуковая ванна ОДА Сервис 1.3л ODA-M13	1	5	6	6
4	Электронный микроскоп FEG SEM: JEOL JSM 2100F	1	15	16000	16000
5	Гидравлическая машина прессования (ИП-500-пресс ЗИПО)	1	35	1119	1119
6	Высокотемпературная вакуумная печь (Nabertherm VHT 8/22-GR)	1	15	1750	1750
7	Шлифованный станок (Eco Met 300 Pro Buehler)	1	10	1290	1290
8	Рентгеновский Дифрактометра XRD – 7000	1	20	3700	3700
Итого		34406			

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации:

$$H_A = \frac{1}{n}, \quad (3)$$

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m, \quad (4)$$

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

Общую сумму амортизационных отчислений находим следующим образом:

Ноутбук:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m = \frac{0,33 \cdot 50}{12} \cdot 4 = 5,5 \text{ тыс. руб.}$$

Аналитические весы:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,33 * 86}{12} * 4 = 9,46 \text{ тыс. руб}$$

Ультразвуковая ванна:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,2 * 6}{12} * 4 = 0,4 \text{ тыс. руб}$$

Электронный микроскоп:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,07 * 16000}{12} * 4 = 355,6 \text{ тыс. Руб.}$$

Гидравлическая машина прессования:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,029 * 1119}{12} * 4 = 11,2 \text{ тыс. руб}$$

Высокотемпературная вакуумная печь:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,07 * 1750}{12} * 4 = 40,8 \text{ тыс. Руб.}$$

Шлифованный станок:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,1 * 1290}{12} * 4 = 43 \text{ тыс. руб}$$

Рентгеновская дифрактометра:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} * m = \frac{0,05 * 3700}{12} * 4 = 61,7 \text{ тыс. Руб.}$$

Суммарные затраты амортизационных отчислений:

$$A = 5,5 + 9,46 + 0,4 + 355,6 + 11,2 + 40,8 + 43 + 61,7 = 527,66 \text{ тыс. Руб}$$

4.4.3. Основная заработная плата исполнителей темы

Статья включает в себя основную заработную плату $Z_{осн}$ и дополнительную заработную плату $Z_{доп}$:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}.$$

Дополнительная заработная плата составляет 12-20 % от $Z_{осн}$.

Основная заработная плата работника:

$$Z_{осн} = Z_{дн} * T_p,$$

Где: T_p – продолжительность работ, выполняемых исполнителем проекта, раб. дн.;

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

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d},$$

Где: Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 28 раб. дней $M=11$ месяцев, 5-дневная неделя;

при отпуске в 56 раб. дней $M=10$ месяцев, 5-дневная неделя;

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени исполнителей проекта, раб. дн.

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p,$$

Где: $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{тс}$);

k_d – коэффициент доплат и надбавок, принимаем 0,2;

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

Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы учитывают величину предусмотренных Трудовым кодексом РФ доплат за отклонение от нормальных условий труда, а также выплат, связанных с обеспечением гарантий и компенсаций.

Дополнительная заработная плата:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн},$$

Где: $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,135).

Расчет заработной платы руководителя (пятидневная рабочая неделя):

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p = 33664 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 65644,8 \text{руб.};$$

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} = \frac{65644,8 \cdot 11}{365 - 100 - 28} = 3046,81 \text{руб.};$$

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p = 3046,81 \cdot 22,5 = 68553,11 \text{руб.};$$

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} = 0,135 \cdot 68553,11 = 9254,67 \text{руб.}$$

Расчет заработной платы студента (пятидневная рабочая неделя):

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{тс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_p = 17000 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 33150 \text{руб.};$$

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{33150 \cdot 10}{365 - 130 - 28} = 1601,44 \text{руб.};$$

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p = 1601,44 \cdot 77,8 = 124592,75 \text{руб.};$$

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} = 0,135 \cdot 124592,75 = 16820,02 \text{руб.}$$

Таблица 4.11.. Расчет заработной платы работников

Исполнитель проекта	$Z_{\text{тс}}$, руб.	$k_{\text{пр}}$	$k_{\text{д}}$	k_p	$Z_{\text{м}}$, руб.	$Z_{\text{дн}}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{\text{осн}}$, руб.	$k_{\text{д}}$	$Z_{\text{доп}}$, руб.	Итого, руб.
Руководитель	33664				65644, 8	3046,8 1	22,5	68553,11		9254,67	71807,78
Студент	17000	0,3	0,2	1,3	33150	1657,5	77,8	124592,7 5	0,135	16820,0 2	141412,7 7

4.4.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{\text{внеб}} = K_{\text{внеб}} \times (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,3 \times (68553,11 + 9254,67) = 21542,33 \text{руб}$$

– для студента:

$$Z_{\text{внеб}} = K_{\text{внеб}} \times (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,3 \times (124592,75 + 16820,02) = 42423,83 \text{руб}$$

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%.

4.4.5. Накладные расходы

Накладные расходы включают прочие затраты организации, которые не учтены в предыдущих статьях расходов: оплата услуг связи, электроэнергии, интернета и т.д.

Накладные расходы

$$Z_{\text{нак}} = (\text{сумма статей } 1 \div 3) \cdot k_{\text{нр}},$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы, принимаем в размере 16%.

$$Z_{\text{нак}} = (914,8 + 527660 + 219220,55 + 63966,16) \cdot 0,16 = 129881,84 \text{руб.}$$

4.4.6. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Определение бюджета на проект приведено в таблице 4.12.

Таблица 4.12. Бюджет затрат на проектирование закалочной установки

Наименование	Сумма, руб.	В % к итогу
1. Материальные затраты проекта	914,8	0,09
2. Амортизация	527660	56,04
3. Затраты по основной зарплате	193145,86	20,51
4. Затраты по дополнительной зарплате	26074,69	2,77
5. Отчисления во внебюджетные фонды	63966,16	6,8
6. Накладные расходы	129881,84	13,79
Бюджет затрат на проектирование	941855,23	100,00

Бюджет всех затрат проекта равен 941855,23 рублей. Наибольший процент бюджета составляют Амортизация (56,04 %).

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

Определение ресурсоэффективности происходит на основе интегрального показателя ресурсоэффективности

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i,$$

Где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности;

a_i – весовой коэффициент проекта;

b_i – бальная оценка проекта, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания.

Таблица 4.13. Сравнительная оценка характеристик проекта

№ п/п	Показатели	Вар. 1	Вар. 2	Вар. 3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,91	0,8	0,7
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,1	3,5	2,8
3	Интегральный показатель эффективности	4,5	3,56	3,1
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	Вар.1/Вар.2 = 1,2 Вар. 1/Вар. 3= 1,42	Вар. 2/Вар. 1 = 0,83 Вар. 2/Вар. 3 = 1,17	Вар. 3/Вар. 1 = 0,7 Вар. 3/Вар. 2 = 0,85

Вариант 1: $0,91 + 4,1 + 4,5 = 9,51$.

Вариант 2: $0,8 + 3,5 + 3,56 = 7,86$.

Вариант 3: $0,7 + 2,8 + 3,1 = 6,7$.

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

4.6. Выводы по разделу

В результате выполнения данного раздела проведен анализ конкурентоспособности и SWOT-анализ проекта, которые выявили его сильные и слабые стороны.

Произведено планирование проекта и построен график Ганта; по итогам был установлен предполагаемый срок выполнения проекта – 117 дня.

Бюджет затрат на реализацию проекта составил 941855,23 рублей.

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

5. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Научно-исследовательская работа была выполнена в Научно-образовательном инновационном центре «Наноматериалы и нанотехнологии», кафедра НМНТ, ТПУ. Рабочее место, где была выполнена основная работа, находится в 021 аудитории 10 корпуса ТПУ.

Целя работы является изучение влияние предварительного спекания на структуру и свойства Y-TZP керамики. В ходе эксперимента длительно проведена работа в помещении, чтобы обеспечить здоровье человека, необходимо анализировать лабораторную среду, учитывать вредные факторы и предлагать соответствующие решения.

5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

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

На предприятии следует руководствоваться Трудовым кодексом Российской Федерации от 30.12.2001 но.197-ФЗ [31].

Каждый работник лаборатории должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты и моющими средствами.

Для поддержания здоровья и предотвращения заболеваний работники, подвергающиеся воздействию химических веществ, должны повышаться два раза в год.

Перед началом работы каждый сотрудник должен получить вводную и вводную лекцию о мерах безопасности, а затем подписать вступительное введение в дневнике. Чтобы исключить возможность несчастных случаев, все студенты и студенты высших и средних профессиональных учебных заведений должны провести серьезные исследования по вопросам безопасности и другим видам деятельности в соответствии с утвержденными курсами и планами.

5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

В этом параграфе приведены эргономические требования для обеспечения правильного расположения и расположения рабочей зоны

исследователя и рабочей зоны, разработанных в производственной среде для создания комфортной рабочей среды.

Основным объектом в производственной среде является рабочее место, которое обычно является местом, где люди могут жить во время работы.

Рабочее место расположено на первом этаже лаборатории. Комната длиной 8 м, шириной 5 м, высотой 3.2 м, общей площадью 40 м², общим объемом 128 м³, Поэтому там, где рабочее место инженера организовано, должны соблюдаться требования ГОСТ 12.2.032-78 [32] и ГОСТ 12.2.033-78 [33].

Персонал может работать только в рабочей одежде и средствах индивидуальной защиты. На рабочем месте должен быть запас сырья, не превышающий сменный спрос. Вы должны знать конкретные характеристики используемых веществ и соблюдать установленные правила, связанные с ними. Производственный процесс должен быть организован таким образом, чтобы предотвратить попадание пыли и вредных веществ в воздух в рабочей зоне. Все работающее электрооборудование должно соответствовать требованиям «Правил технической эксплуатации электрооборудования потребителя» и других нормативных документов. Не используйте электрооборудование без заземления. Согласно действующим стандартам помещения опытно-производственной лаборатории оснащены основным оборудованием пожаротушения. Все сотрудники должны иметь возможность использовать противопожарное оборудование и оказывать первую медицинскую помощь в случае аварии. Запрещено портить рабочие места, тротуары, выходы из помещений и зданий, а также противопожарное оборудование.

5.2. Производственная безопасность

Для идентификации потенциальных факторов использован ГОСТ 12.0.003-2015 [34]. Перечень выявленных возможных опасных и вредных факторов представлен в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ	Нормативные документы
---------------------------------	-------------	--------------------------

	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
1. Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	СанПиН 2.2.4.548-96 [35] ГОСТ 12.1.005-88 [40]
2. Превышение уровня шума		+		ГОСТ 12.1.003-2014 [36] ГОСТ 12.1.029-80 [37] СН 2.2.4/2.1.8.562-96 [38]
3. Недостаточная освещенность рабочей зоны		+	+	СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 [39] СП 52.13330.2016 [41]
4. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	+	+	+	ГОСТ 12.1.019-2017 [42] ГОСТ 12.1.038-82 [43]
5. Чрезмерное загрязнение воздушной среды в зоне дыхания		+		ГОСТ 12.1.005-88 [40] ГН 2.2.5.3532-18 [44] СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4 [35]

5.2.1. Анализ вредных производственных факторов

Повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны. Микроклимат характеризуется тремя основными параметрами, а именно, температурой воздуха, влажностью и скоростью движения воздушных масс. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений установлены в санитарных правилах и нормах СанПиН 2.2.4.548-96 [35].

Некоторые производственные процессы не позволяют поддерживать оптимальные показатели микроклимата, что может существенно снизить производительность рабочего персонала, повысить утомляемость и заболеваемость.

Согласно СанПиН 2.2.4.548-96 [35] работа при проведении исследований относится к категории Па, так как иногда приходится переносить предметы массой свыше 10 кг. Из этого следует, что в холодный период года оптимальные значения показателей микроклимата должны соответствовать следующим значениям: температура воздуха 19-21°C, относительная влажность воздуха 60-40% и скорость движения воздуха 0,2 м/с. Для теплого периода года данные

показатели составляют: температура воздуха 20-22 °С, относительная влажность воздуха 60-40% и скорость движения воздуха 0,2 м/с.

Оптимальные показатели микроклимата в лаборатории обеспечиваются за счет системы отопления, кондиционера и вентиляции.

Основным фактором приводящим к отклонению показателей микроклимата от нормы является оборудование с высоким тепловыделением (блоки питания микроскопов, установка для электроимпульсного спекания).

Превышение допустимой температуры воздуха рабочей зоны может быть вызвана неисправностью кондиционеров или долгой работой установки для электроимпульсного спекания на высокой мощности, особенно высокая вероятность отклонения показателей микроклимата присутствует в жаркие дни.

Недостаточная освещенность. Лаборатория расположена на цокольном этаже, поэтому необходимая освещенность достигается за счет искусственного освещения люминесцентными лампами.

Плохие условия освещенности (низкая освещенность, недостаточная равномерность, помехи, отвлекающие внимание, дискомфортная блескость) приводят к снижению зрительной работоспособности, усталости центральной нервной системы, возникающей в результате прилагаемых усилий для опознания недостаточно четких или сомнительных сигналов, мышечной усталостью из-за неудобного положения, принимаемого в попытке разглядеть тот или иной объект. Локальные мышечные напряжения (в частности, шейных мышц) могут возникать также во время работы, при которой необходимо пользоваться микроскопом.

По нормам освещения и отраслевым нормам освещения в помещении при работе с ПК рекомендуется освещенность 300 - 500 лк, коэффициент пульсации 15-20%.

При недостаточной освещенности рабочего места необходимо увеличить число осветительных приборов либо использовать более яркие лампы.

Отсутствие или недостаток естественного освещения. Недостаток естественного света вызван расположением лаборатории на цокольном этаже.

Отсутствие или недостаток естественного света приводит к дефициту ультрафиолетового облучения, следствием чего является нарушение обмена веществ и снижение резистентности организма [39].

При комбинированном освещении для офисных помещений в СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 [39] установлено значение КЕО равное 0,6.

Для уменьшения негативного воздействия на организм недостатка естественного света необходимо периодически (во время перерывов) покидать рабочее место и выходить в части здания, куда проникает естественный свет, или на улицу.

Химически вредные вещества в воздухе рабочей зоны. Химически опасным производственным фактором является порошок АМгб и порошок меди. Металлический порошок АМгб и порошок меди в биосредах, в опыте не дают острого токсического эффекта, их аэрозоли при длительном воздействии оказывают слабо выраженное фиброгенное действие. Кроме токсического действия микродисперсные порошки способны оказывать раздражающий эффект на органы дыхания.

Порошок АМгб относится к веществам 3-го класса опасности ГОСТ ГОСТ 12.1.005-88 [40]. Его предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) 2 мг/м³. Порошок меди относится к 2-му классу опасности, его ПДК равен 1/0,5 мг/м³ [40].

Для обеспечения безопасности персонала на производствах по получению ультрадисперсных порошков и пудр, а также в местах исследования таких порошков, для создания чистого помещения осуществляются технический контроль, очистка воздуха и воды, а персонал пользуется средствами индивидуальной защиты (респираторы, халаты, перчатки) согласно ГОСТ 12.4.132-83 [42], ГОСТ 12.4.299-2015 [46].

Для изготовления эластичных оболочек в работе использовали полиуретан, получаемый смешиванием двух жидких компонентов (основы и отвердителя), которые затвердевают после полимеризации. Испарения компонентов не несут серьезной опасности для человека, однако при попадании на кожу способны

вызвать раздражение, поэтому при работе с ними следует пользоваться перчатками и халатом для защиты открытых участков кожи согласно [46].

5.2.2. Анализ опасных производственных факторов

Механические опасности. Основным источником механической опасности в рабочей зоне является гидравлический пресс IP-500M авто. Пресс, способный создавать высокую нагрузку, является опасным фактором производства. Подвижные части пресса и осколки сломавшейся под давлением прессовой оснастки способны нанести серьезный урон здоровью человека: царапины, ушибы, переломы костей.

Согласно ГОСТ ISO 12100-2013 [47] машины и механизмы имеющие подвижные части, способные нанести вред здоровью человека, должны быть оснащены защитными или предохранительными устройствами. В нашем случае пресс оснащен подвижным защитным кожухом, но данная защитная мера ограничивает видимость процесса прессования. В случае, когда наблюдение за процессом прессования необходимо, должны использоваться индивидуальные средства защиты лица и глаз, соответствующие требованиям ГОСТ 12.4.253-2013 [48].

Безопасные расстояния для предохранения верхних конечностей от попадания в опасную зону указаны в ГОСТ ISO 12100-2013 [47]. Для используемого в работе пресса, в данном нормативном акте установлено расстояние равное 1,4 м при высоте защитного ограждения 1 м.

Кроме того, для предотвращения вышеперечисленных опасностей, связанных с использованием пресса, необходимо соблюдать правила безопасности при работе с пресс-формами:

- до установки пресс-формы в пресс, необходимо убедиться, что плоскости верхней и нижней плит пресса параллельны друг другу;
- устанавливая пресс-форму в пресс так, чтобы плоскость пуансона и плиты пресса были параллельны друг другу;
- величина давления не должна превышать предел прочности используемой пресс-формы;

- не рекомендуется использовать слишком высокую скорость нагрузки или резко снижать давление на пресс-форму;
- не следует помещать конечности, волосы, части одежды между подвижными элементами пресс-формы или пресс-формой и плитой прессы;
- пресс-форма довольно тяжелая и имеет острые грани, поэтому все операции с ней нужно проводить аккуратно.

Термические опасности. Основным источником термической опасности при выполнении работы была муфельная печь ЛНТ 08/18/P310. Данная печь способна нагреваться до температуры 3000 °С. Спекание керамики проводилось при температуре до 1500 °С, при соприкосновении с поверхностью, нагретой до такой температуры, можно получить термические ожоги, степень которых будет зависеть от времени взаимодействия с горячей поверхностью и площади контакта.

Для предотвращения ожогов к печи не притрагиваются с момента начала спекания до остывания образцов и футеровки печи до комнатной температуры. В случае если все же образец нужно достать из печи до его остывания до комнатной температуры, пользуются специальными щипцами и термостойкими рукавицами.

Электробезопасность. В ходе выполнения работы были использованы следующие электроприборы: гидравлический пресс, высокотемпературная муфельная печь, электронный микрометр, электронные весы, персональный компьютер, сканирующий электронный микроскоп, рентгенофазовый анализатор. Все это приборы при неправильной эксплуатации или обслуживании несут опасность поражения электрическим током.

Наиболее вероятной причиной электротравм является прикосновение или приближение на недопустимое расстояние к токоведущим частям, находящимся под напряжением.

Действие электрического тока на организм человека имеет разносторонний характер. Ток, проходящий через тело человека способен

оказывать электролитическое, термическое и биологическое действие. Электролитическое действие тока проявляется в разложении крови и других жидкостей в организме, вызывая тем самым значительные нарушения их физико-химических составов. Термическое действие тока проявляется в ожогах тела, нагреве и повреждении кровеносных сосудов, нервов, мозга и других органов, что вызывает их серьезные функциональные расстройства. Биологическое действие тока выражается главным образом в нарушении биоэлектрических процессов, свойственных живой материи, с которыми связана ее жизнеспособность [48].

Согласно ГОСТ Р 12.1.019-2009 [49] на производстве для обеспечения электробезопасности должны быть приняты следующие защитные меры:

- защитные оболочки;
- защитные барьеры;
- безопасное расположение токоведущих частей;
- изоляцию токоведущих частей (рабочую, дополнительную, усиленную);
- изоляцию рабочего места;
- малое напряжение
- защитное отключение.

Для защиты от поражения электрическим током при прикосновении к токоведущим частям согласно ГОСТ Р 12.1.019-2009 [49] электроприборы должны быть заземлены или занулены.

При работе с электроприборами должны соблюдаться «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», установленные ГОСТ 12.2.007.0-75 [50]. Все лица, приступающие к работе с электрооборудованием, должны проходить инструктаж на рабочем месте, к самостоятельной работе допускаются лица, прошедшие проверку на знание техники безопасности.

Пожаровзрывобезопасность. Помещение лаборатории по степени пожароопасности относится к классу П-2, так как в нем присутствует выделение пыли и волокон во взвешенном состоянии.

Согласно приложению №3 к приказу ректора ТПУ №52/од от 21.06.2013 [51] в целях обеспечения пожарной безопасности в лаборатории запрещено:

- курить;
- пользоваться неисправными электронагревательными приборами;
- использовать временную электропроводку, удлинители, переноски для питания приборов;
- перегружать электрическую сеть;
- скручивать, завязывать электрические провода;
- хранить пожароопасные материалы ЛЖВ;
- оставлять выключенным свет, компьютеры и другие электроприборы.

Особое внимание необходимо уделять технике безопасности при работе с печью. Перед спеканием образца из того или иного материала необходимо узнать его химический состав, температуру плавления или температуру возгорания, чтобы избежать расплавления или воспламенения образца. Это может привести к поломке печи и возникновению пожара.

Кроме того, перед спеканием необходимо изучить фазовые диаграммы контактирующих в процессе спекания веществ (подложки и образца, образцов из различных материалов), чтобы выявить наличие или отсутствие низкотемпературных эвтектик, которые говорят о возможности взаимодействия различных веществ при температуре ниже, чем температура плавления каждого из веществ в отдельности. Пренебрежение анализом диаграмм состояния веществ, находящихся в зоне спекания, может привести к уничтожению не только образца и кюветы, но и повреждению футеровки печи, что может привести к короткому замыканию и пожару.

При извлечении из печи еще не остывшего образца не стоит помещать его на легковоспламеняющийся материал или оставлять в непосредственной близости от легковоспламеняющихся реактивов.

Кроме того, каждый работник должен знать порядок эвакуации и расположение первичных средств пожаротушения.

5.3. Экологическая безопасность

В этом разделе рассматривается характер воздействия предлагаемого решения на окружающую среду. Вы всегда должны учитывать проектируемое решение и то, как вещества и материалы, используемые для его создания, влияют на атмосферу, гидросферу и литосферу, и предлагать решения для обеспечения экологической безопасности.

Поскольку для изготовления керамики из диоксида циркония требуется прессование, шлифование, полировка, спекание и ряд механических операций, серьезной проблемой является энергопотребление оборудования. Это неизбежно приведет к общему увеличению энергопотребления. Чтобы удовлетворить спрос на электроэнергию, необходимо увеличить мощность и количество электростанций. Это приводит к нарушениям условий окружающей среды, поскольку электростанции используют различные виды топлива, водные ресурсы, а также являются источником вредных веществ в атмосферу.

Эта проблема является глобальной. Сегодня многие страны ввели альтернативные источники энергии (солнечные батареи, энергия ветра). Другим способом решения этой проблемы является использование энергосберегающих систем. Установите аппарат в автоматический режим ожидания, когда он не используется, для экономии энергии.

Для эксперимента по исследованию керамики из диоксида циркония при приготовлении порошка диоксида циркония, легированного иттрием, будут образовываться вредные газы, которые должны быть собраны и переданы специалистам для надлежащей утилизации.

На этапе исследования образуются твердые отходы: образцы, бумага для взвешивания, использованные перчатки и салфетки. Порошковые материалы, попадающие в почву, могут вызвать изменения в их составе, что может оказать негативное влияние на местные организмы. Утилизация опасных твердых

отходов должна осуществляться в соответствии с действующим законодательством.

Утилизация электрических приборов осуществляется сотрудниками университета, и указываются следующие этапы:

Правильное завершение поведения списания указывает на то, что невозможно выполнить дальнейшие операции, перечисленные в поведении измерительного оборудования, и для этого существует акт технического осмотра;

Поскольку предприятие может быть утилизировано только после окончательного аннулирования, измерительное оборудование, указанное в счете, списывается с баланса предприятия, а инструкции приводятся в бухгалтерском отчете.

Откажитесь от измерительного оборудования напрямую, полностью разберите оборудование на части, а затем классифицируйте его по типу материала и передайте его на перерабатывающий завод.

5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Здание 10 корпуса, где находится лаборатория, ТПУ расположено вдали от воды, химических предприятий, атомных электростанций в сейсмически не активном районе. Поэтому такие чрезвычайные ситуации, как затопления, цунами, землетрясения, химические и радиоактивные выбросы маловероятны. Наиболее вероятной чрезвычайной ситуацией является пожар. Причиной пожара может быть короткое замыкание, возгорание легко воспламеняющихся веществ, неосторожное обращение с огнем. Все помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004-91 [52] и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 [53].

Возникновение пожаров является универсальным и может происходить практически во всех лабораториях:

1. Линия электропитания устарела или повреждена упаковка, что приводит к нагреву линии и пожару.

2. Во время экспериментальной работы, например, ультрачистая настольная спиртовая лампа является открытым пламенем. Неправильная работа, источник огня соприкасается с легковоспламеняющимися веществами, вызывая пожар.

3. Оборудование работает в течение длительного времени,слишком высокая температура вызывает пожар.

Лабораторные пожарно-спасательные мероприятия:

1. При обнаружении пожара экспериментаторы на месте, обеспечивая собственную безопасность, используют противопожарное оборудование (огнетушители и т. Д.), чтобы принять немедленные меры для предотвращения распространения пожара,

2. Определить место пожара, определите причину пожара,

3.Определить окружающую среду пожара, определите, есть ли распределение основных опасностей и приведет ли это к вторичной катастрофе.

4. Определить основной метод оказания помощи при бедствиях и примите соответствующие меры, использовать соответствующее противопожарное оборудование для пожаротушения в соответствии с чрезвычайными процедурами. Например, сжатый газ, сжиженный газ, легковоспламеняющаяся жидкость, легковоспламеняющиеся товары и т. д.

Для предотвращения и ликвидации пожара здание оборудовано пожарной сигнализацией, пожарными кранами и шлангами, пожарными щитами, огнетушителями, во всех помещениях имеется план эвакуации, в коридорах указатели движения к эвакуационному выходу. На рисунке 1 представлен план эвакуации из лаборатории (018 аудитория) и соседних помещений.

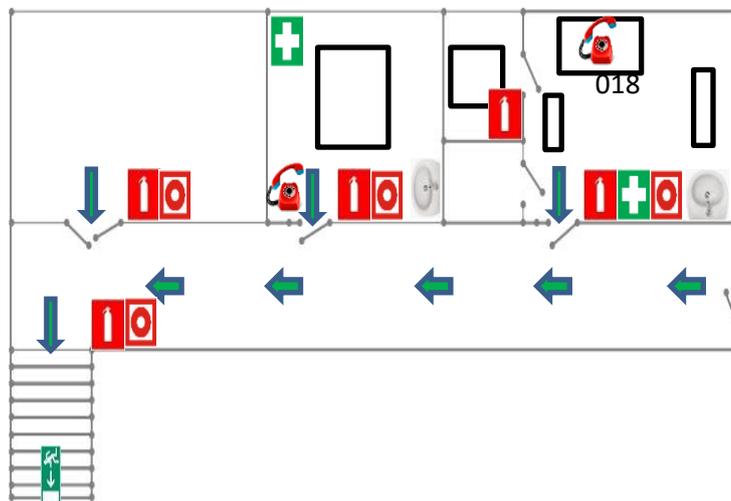


Рисунок 5.1. - План эвакуации

В лаборатории (021 аудитория) находится 2 огнетушителя ОУ-5, в соседней (018) аудитории и помещении склада так же расположено по одному огнетушителю ОУ-5.

5.5. Выводы по разделу

В процессе научной деятельности необходимо учитывать негативные факторы, влияющие на людей на рабочем месте, которые могут угрожать физическому и психическому здоровью людей, загрязнять окружающую среду и даже вызывать серьезные материальные убытки. Необходимо проинформировать о возможных проблемах безопасности и профилактических мерах, а также сообщить аварийное решение.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА

1. Х. Си, О.С. Толкачёв, А.Н. Мусаев. Влияние предварительного искрового плазменного спекания на уплотнение Y-TZP керамики // Сборник докладов: XVIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» 2021 г.
2. Х. Си, О.С. Толкачёв, А.Н. Мусаев. Влияние предварительного спекания на уплотнение Y-TZP керамики // Сборник докладов: XVIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» 2021 г.
3. Х. Си, К. Янь, А.Н. Мусаев. зотермическое уплотнение предварительно спеченных образцов ATZ // Сборник докладов: XVIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» 2021 г.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

4. Chevalier J., Gremillard L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009. Т. 29, № 7.
5. Pereira G.K.R. и др. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. Elsevier Ltd, 2016. Т. 55. С. 151–163.
6. Wang C.J., Huang C.Y., Wu Y.C. Two-step sintering of fine alumina-zirconia ceramics // *Ceram. Int.* 2009. Vol. 35, № 4. P. 1467–1472.
7. Liu C. и др. Microstructural refinement in spark plasma sintering 3Y-TZP nanoceramics // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2016. Т. 36, № 10.
8. Sutharsini U. et al. Effect of two-step sintering on the hydrothermal ageing resistance of tetragonal zirconia polycrystals // *Ceram. Int.* 2017. Vol. 43, № 10.
9. O. Vasylykiv, Y. Sakka, V. V. Skorokhod. *J. Am. Ceram. Soc.* 86 (2), 299 (2003).
10. B. D. Flinn, A. J. Raigrodski, A. Singh, L. A. Mancl. *J. Prosthet. Dent.* 112 (6), 1377 (2014).
11. S. Ramesh, K.Y. Sara Lee, C.Y. Tan. *Ceram. Int.* 44 (17), 20620 (2018).
12. G. Sreedhar, M. Alam, V. S. Raja. *Surf. Coat. Technol.* 204 (3), 291 (2009).
13. M. Saremi, Z. Valefi, N. Abaeian. *Surf. Coatings Technol.* 221, 133 (2013).
14. B. Basu, J.H. Lee, D.Y. Kim. *J. Am. Ceram. Soc.* 87 (9), 1771 (2004).
15. S. A. Salehi, K. Vanmeensel, A. K. Swarnakar, O. Van der Biest, J. Vleugels. *J. Alloys Compd.* 495 (2), 556 (2010).
16. A. Smirnov, H.D. Kurland, J. Grabow, F.A. Müller, J.F. Bartolomé. *J.Eur. Ceram. Soc.* 35 (9), 2685 (2015).
17. Z. K. Wu, N. Li, C. Jian, W. Q. Zhao, J. Z. Yan. *Ceram. Int.* 39 (6), 7199 (2013).
18. K. Matsui, H. Yoshida, Y. Ikuhara. *Sci. Rep.* 4 (1), 4758 (2015).
19. R. Chintapalli, A. Mestra, F. G. Marro, H. Yan, M. Reece, M. Anglada. *Materials (Basel)*. 3 (2), 800 (2010).

20. K. Matsui, N. Ohmichi, M. Ohgai, H. Yoshida, Y. Ikuhara. *J. Mater. Res.* 21 (9), 2278 (2006).
21. Á. Presenda, M.D. Salvador, R. Moreno, A. Borrell, Hydrothermal degradation behavior of y-tzp ceramics sintered by nonconventional microwave technology, *J. Am. Ceram. Soc.*, 98 (2015), pp. 3680-3689
22. T. Masaki, Mechanical properties of Y-PSZ after aging at low temperature, *Int. J. High Technol. Ceram.*, 2 (1986), pp. 85-98
23. S. Chen, H. Lu, Low-temperature ageing map for 3mol% Y2O3- ZrO2, *J. Mater. Sci.*, 24 (1989), pp. 453-456
24. J. Chevalier, B. Cales, M.J. Drouin, Low-temperature aging of Y-TZP ceramics, *J Am Ceram Soc*, 82 (1999), pp. 2150-2154
25. K. Matsui, T. Yamakawa, M. Uehara, N. Enomoto, J. Hojo, Mechanism of alumina-enhanced sintering of fine zirconia powder: influence of alumina concentration on the initial stage sintering, *J Am Ceram Soc*, 91 (2008), pp. 1888-1897
26. A. Dietrich, B.R. Heimann, G. Willmann, The colour of medical-grade zirconia (Y-TZP), *J Mater Sci Mater M*, 7 (1996), pp. 559-565
27. Электронный ресурс tocoh.com
28. Гаузнер С. И., Кивилис С. С., Осокина А. П., Павловский А. Н. Измерение массы, объёма и плотности. М.: Изд-во Стандартов, 1972. –623 с.
29. ГОСТ 15139-69 Методы определения плотности (объемной массы)
30. Ивенсен В.А. Феноменология спекания и некоторые вопросы теории. Москва: Металлургия, 1985. 247 С.
31. Toraya H., Yoshimura M., Somiya S. Calibration Curve for Quantitative Analysis of the Monoclinic-Tetragonal ZrO2 System by X-Ray Diffraction // *J. Am. Ceram. Soc.* 1984. Т. 67, № 6. С. С-119-С-121
32. Björn Theelke Rainer K. Dittmann Markus Muellritter, Process for producing a zirconia based dental implant, Priority to EP12172337

33. Tolkachev O.S. и др. Assessment of the hydrothermal resistance of γ -t-zp ceramics by the degree of tetragonality of major phases // Lett. Mater. 2020. Т. 10, № 4.
34. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 № 197-ФЗ (ред. от 02.12.2019).
35. ГОСТ 12.2.032-78. ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
36. ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования (дата введения: 01.01.1979).
37. ГОСТ 12.0.003-2015. ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация (дата введения: 01.03.2017).
38. СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4. Физические факторы производственной среды. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Санитарные правила и нормы (утв. Постановлением Госкомсанэпиднадзора РФ от 01.10.1996 N 21) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL: http://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_93768/ (режим доступа: свободный).
39. ГОСТ 12.1.003-2014. ССБТ. Шум. Общие требования безопасности (дата введения: 01.11.2015).
40. ГОСТ 12.1.029-80. ССБТ. Средства и методы защиты от шума. Классификация (дата введения: 01.07.1981).
41. 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.).
42. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. 2.2.1/2.1.1. Проектирование, строительство, реконструкция и эксплуатация предприятий, планировка и застройка населенных пунктов. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных

- зданий. Санитарные правила и нормы (утв. Главным государственным санитарным врачом РФ 06.04.2003) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL: http://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_41996/ (режим доступа: свободный).
43. ГОСТ 12.1.007-76. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (утв. Постановлением Госстандарта СССР от 10.03.1976 N 579) (ред. от 28.03.1990) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL: <http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=3#0> (режим доступа: ограниченный).
44. СП 52.13330.2016. Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95* (дата введения: 08.05.2017).
45. ГОСТ 12.4.132-83. Государственный стандарт Союза ССР. Халаты мужские. Технические условия (утв. и введен в действие Постановлением Госстандарта СССР от 10.10.1983 N 4894) (ред. от 01.03.1989) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL: <http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=OTN;n=8534#0> (режим доступа: ограниченный).
46. ГОСТ 12.1.019-2017. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (дата введения: 01.01.2019).
47. ГОСТ 12.1.038-82. ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов (дата введения: 01.07.1983).
48. ГН 2.2.5.3532-18 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны(дата введения: 13.02.2018)
49. ГОСТ 12.4.299-2015. Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Рекомендации по выбору, применению и техническому обслуживанию

- (введен в действие Приказом Росстандарта от 24.06.2015 N 792-ст)
[Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс".
URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=OTN;n=12926#0>
(режим доступа: ограниченный).
50. ГОСТ ISO 12100-2013. Межгосударственный стандарт. Безопасность машин. Основные принципы конструирования. Оценки риска и снижения риска (введен в действие Приказом Росстандарта от 13.03.2014 N 137-ст)
[Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс".
URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc&base=OTN&n=7747&rnd=263249.968218140#0> (режим доступа: ограниченный).
51. ГОСТ 12.4.253-2013 (EN 166:2002). Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования (введен в действие Приказом Росстандарта от 30.12.2013 N 2428-ст) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=18042#0>
(режим доступа: ограниченный).
52. ГОСТ Р 12.1.019-2009. Национальный стандарт Российской Федерации. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (утв. и введен в действие Приказом Ростехрегулирования от 10.12.2009 N 681-ст) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=13564#0>
(режим доступа: ограниченный).
53. ГОСТ 12.2.007.0-75. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности (введен в действие Постановлением Госстандарта СССР от 10.09.1975 N 2368) (ред. от 01.06.1988) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании

- "КонсультантПлюс". URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=7996#0>
(режим доступа: ограниченный).
54. Инструкция о мерах пожарной безопасности (Приложение №2 к приказу ректора ТПУ №52/од от 21.06.2013) [Электронный ресурс]: Корпоративный портал ТПУ. URL: <http://portal.tpu.ru/departments/head/education/document>
(режим доступа: свободный).
55. ГОСТ 12.1.004-91. Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования (утв. Постановлением Госстандарта СССР от 14.06.1991 N 875) (ред. от 01.10.1993) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=4371#0>
(режим доступа: ограниченный).
56. ГОСТ 12.4.009-83. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание (утв. Постановлением Госстандарта СССР от 10.10.1983 N 4882) (ред. от 01.06.1989) [Электронный ресурс]: Официальный сайт компании "КонсультантПлюс". URL:
<http://www.consultant.ru/cons/cgi/online.cgi?req=doc;base=STR;n=4120#0>
(режим доступа: ограниченный).