

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

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Функциональные материалы ZrC/C: получение, свойства
УДК 661/88^620/22-026/65

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5Б	Рыгин Александр Викторович		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
проф. каф. ММС	Бужкова С.П.	Д.Т.Н., профессор		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доц. каф. мен., ИСГТ	Черепанова Н.В.	к.ф.н. доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
асс. каф. ЭБЖ, ИНК	Раденков Т.А.	—		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
проф. каф. НМНТ	Хасанов О.Л.	Д.Т.Н., профессор		

Планируемые результаты обучения по ООП 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов (магистратура)

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
P1	Осуществлять сбор, анализ и обобщение научно-технической информации в области материаловедения и технологии материалов с использованием современных информационно-коммуникационных технологий, глобальных информационных ресурсов
P2	Работать с патентным законодательством и авторским правом при подготовке документов к патентованию и оформлению ноу-хау
P3	Выполнять маркетинговые исследования и анализировать технологический процесс как объекта управления, разрабатывать технико-экономическое обоснование инновационных решений в профессиональной деятельности
P4	Руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
P5	Внедрять в производство технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов, быть готовым к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов, позволяющих получать и диагностировать материалы и изделия различного назначения.
P6	Разрабатывать новые и модернизировать существующие технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов
P7	Внедрять системы управления качеством продукции в области материаловедения, эксплуатировать оборудование, позволяющее диагностировать материалы и изделия из них, в том числе наноматериалы
P8	Действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения, выбирать наиболее рациональные способы защиты и порядка в действиях малого коллектива в чрезвычайных ситуациях
P9	Общаться в устной и письменной формах на государственном языке РФ и иностранном языке для решения задач профессиональной деятельности, подготавливать и представлять презентации планов и результатов собственной и командной деятельности, формировать и отстаивать собственные суждения и научные позиции
P10	Самостоятельно осваивать новые методы исследования, изменять научный, научно-педагогический и производственный профиль своей профессиональной деятельности
P11	Применять принципы рационального использования природных ресурсов, основные положения и методы социальные, гуманитарные и экономические подходы при решении профессиональных задач с учетом последствий для общества, экономики и экологии.
P12	Использовать основные категории и понятия общего и производственного менеджмента в профессиональной деятельности

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

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. кафедрой
_____ Хасанов О.Л.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ5Б	Рыгину Александру Викторовичу

Тема работы:

Функциональные керамические материалы ZrC/C: получение, свойства	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	21.04.2017, 2743/С

Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2017
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объектом исследования настоящей работы является высокотемпературная функциональная керамика системы ZrC/C. Исходными компонентами выступают порошки карбида циркония и технического углерода П-234. Основными требованиями к материалу являются высокие показатели механической прочности, износостойкости и ударной вязкости.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Изучить литературу по теме создания высокотемпературных материалов, в т.ч. на основе карбидов переходных металлов. Получить композиционную керамику ZrC/C методом горячего прессования. Исследовать состав, структуру и механические характеристики полученной системы.
Перечень графического материала	
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	

Раздел	Консультант
Социальная ответственность	Раденков Т.А., ассистент кафедры ЭБЖ, ИНК, НИ ТПУ
Финансовый Менеджмент	Черепанова Н.В., доцент кафедры МЕН, ИСГТ, НИ ТПУ
Английский язык	Квашнина О.С., ст. пр. ИЯФТ, ФТИ, НИ ТПУ
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
3. Структура и свойства композиционной керамики ZrC/C	

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

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
проф. каф. ММС	Бужкова С.П.	д.т.н., профессор		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5Б	Рыгин Александр Викторович		

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

Институт Физики Высоких Технологий
Направление подготовки 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов
Уровень образования Магистратура
Кафедра Наноматериалов и Нанотехнологий
Период выполнения весенний семестр 2016/2017 учебного года

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

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

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2017
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
14.04.17	<i>Литературный обзор</i>	25
28.04.17	<i>Выполнение эксперимента</i>	25
16.06.17	<i>Обсуждение результатов и оформление работы</i>	50

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
проф. каф. ММС	Бужкова С.П.	Д.Т.Н., профессор		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
проф. каф. НМНТ	Хасанов О.Л.	Д.Т.Н., профессор		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 120 с., 41 рис., 23 табл., 166 источников, 1 прил.

Ключевые слова: керамика, высокотемпературные материалы, карбид циркония, ZrC/C композиты, прочность, фазовый состав.

Объектом исследования являются композиционные системы карбид циркония – углерод ZrC/C, полученные методом горячего прессования.

Цель работы – получение и исследование структуры и свойств композиционных материалов ZrC/C.

Количественный и качественный фазовый состав, параметры кристаллической структуры композитов ZrC/C исследовались методом рентгеновской дифракции. Анализ микроструктуры композитов ZrC/C осуществлялся по изображениям оптической и растровой электронной микроскопии. Твердость определялась в соответствии с методом Виккерса, механические свойства композитов исследовались при диаметральной сжатии.

В результате исследования получены гетеромодульные керамические композиты системы карбид циркония – углерод ZrC/C.

В будущем планируется развитие создания износостойких композиционных материалов карбид – углеродных систем на основе карбидов переходных металлов IV-V групп периодической таблицы химических элементов.

Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки.

ГП – горячее прессования

ГТД – газотурбинный двигатель

КЛТР – коэффициент линейного температурного расширения

КР – кристаллическая решетка

КПД – коэффициент полезного действия

ОКР – область когерентного рассеяния

ПДК – предельно допустимая концентрация

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

РФА – рентгенофазовый анализ

РЭМ – растровая электронная микроскопия

ЧСДЦ – частично стабилизированный диоксид циркония

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности), Threats (угрозы)

Содержание

Введение.....	9
1. Литературный обзор	10
1.1. Самосмазывающиеся материалы	10
1.2. Высокотемпературные материалы.....	15
1.2.1. Оксидная керамика	15
1.2.2. Бескислородная керамика	19
1.3. Карбид циркония. Получение, применение, свойства.....	24
2. Материалы и методики.....	30
3. Структура и свойства композиционной керамики ZrC/C.....	32
3.1. Фазовый состав и структура порошков ZrC и C.....	32
3.2. Плотность, фазовый состав и структура керамики ZrC/C.....	40
3.3. Механические свойства композиционных керамик ZrC/C.....	50
4. Раздел «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение».....	55
Введение.....	55
4.1. SWOT-анализ СВ-синтеза в получении Si ₃ N ₄ -SiC	56
4.2 Разработка графика проведения научно-исследовательского проекта	58
4.3. Составление сметы научного исследования	61
4.4. Выводы по разделу финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	65
5. Раздел «Социальная ответственность»	69
5.1. Анализ вредных факторов производственной среды.....	71
5.2. Анализ опасных факторов производственной среды.....	74
5.3. Охрана окружающей среды.	76
5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях.....	76
5.5. Правовые и организационные вопросы безопасности.....	77
Заключение	80
Список публикаций студента.....	81
Список используемой литературы	82

Введение

В работе приведены результаты исследования высокотемпературных композиционных кармических материалов на основе карбида циркония, полученных методом горячего прессования с предварительной обработкой порошковых компонентов в планетарной мельнице.

Авиастроение и ракетно-космическая отрасль способствуют и в то же время зависят от развития науки в целом и материаловедения в частности. Данные области представляют не только экономический интерес, но и являются стратегическим важным направлением развития страны. Создание летательных аппаратов нового поколения, а также продление их срока службы связано с передовыми разработками высокотемпературных материалов.

Традиционные высокотемпературные материалы, используемые в данных отраслях, ограничены внешними условиями эксплуатации, а именно: температурный порог применения данных материалов не превышает 2000 °С; либо время эксплуатации при температурах близких к данной не велико.

Температура плавления многих керамических материалов (карбидов, нитридов и боридов металлов) превышает 2700 °С, для ZrC составляет 3400 °С. Одним из классических методов получения высокотемпературных материалов является метод горячего прессования. Совмещение процессов спекания и прессования нивелирует градиент неоднородности компакта по плотности, а также снимает остаточные напряжения, возникающие в процессе холодного прессования.

Предметом исследования данной работы являются композиционные системы на основе карбида циркония с различным содержанием углерода. Композиты ZrC/C применимы в условиях высокотемпературного трения, где отсутствует возможность использования жидких органических смазок.

Данные системы имеют высокие механические характеристики, что может говорить о перспективности их использования в области авиастроения и ракетно-космической отрасли.

1. Литературный обзор

1.1. Самосмазывающиеся материалы

Развитие самосмазывающихся (с англ. self-lubricating) материалов, в т.ч. высокотемпературных композиционных керамик, является перспективным и в то же время малоизученным направлением современного материаловедения.

S.L. Ma и др. показали возможность создания самосмазывающихся покрытий системы Ti–Si–C–N методом плазмохимического осаждения из газовой фазы (plasma-enhanced chemical vapor deposition - PECVD) на стальной подложке. Происходит образование композиционного состава nc-Ti(C,N)/a-Si₃N₄/a-C, где углерод представлен в виде нанокристаллической и аморфной фаз. Отмечено, что с увеличением содержания углерода коэффициент трения снижается с 0,75 до 0,35 и с 0,55 до 0,30 при температуре 25 и 550 °С, соответственно [1,2].

На основе Ti(C,N) исследованы градиентные и гомогенизированные керметы в работах *Wenbin Ji и др.* Подложка выполнена из композита Ti(C₇,N₃)/Mo/Ni (84/4/12), поверхностный слой толщиной 200 мкм состоит из TiB₂-TiC/VC/Mo/Ni (86/4/4/6), также наблюдается переходный слой покрытие/подложка толщиной 20 мкм. Гомогенизированный композит содержит Ti(C₇,N₃)/Mo/Ni/Co (88/4/3.2/4.8). Обе системы получены методом горячего прессования в вакууме. Исследования трибологических характеристик проведены с использованием различных тел трения: сталь 440С (американский аналог 95Х18); Al₂O₃; Si₃N₄. Наименьший коэффициент трения для обоих образцов наблюдается в испытаниях со сталью 440С, при этом не зависит от скорости скольжения, преобладает адгезионный характер износа. Однако, скорость износа при этом значительно увеличивается. В случае с использованием Al₂O₃ и Si₃N₄ коэффициент трения снижается, а скорость износа возрастает с увеличением скорости скольжения и нагрузки испытания, ярко выражены окислительный и абразивный механизмы деградации поверхности [3-6].

Исследуются композиты на основе ЧСДЦ $ZrO_2-Y_2O_3$ с добавлением различных модификаторов: CaF_2-BaF_2-Ag , $BaCrO_4$, $BaSO_4$ и $SrSO_4-CaSiO_3$. Такие добавки как графит и MoS_2 эффективны при низких температурах, однако при значительном увеличении температур происходит химическая и структурная деградация данных соединений. Наиболее эффективными добавками являются $BaSO_4$ и $SrSO_4$ коэффициенты трения которых составляют 0,33 и 0,20, соответственно, против 1,15 для чистого TZ₃Y₂₀A. Пластическая деформация и эффективное распределения добавок по поверхности являются ключевыми факторами снижения трения и износа полученных керамик [7-9].

В течении нескольких лет группой ученых под руководством *T. Polcar* велась разработка покрытий типа $Mo-Se-C$ и $W-S-C$ полученных методом радиочастотного магнетронного распыления. Оба покрытия получены путем распыления углеродных мишеней, содержащих различное количество включений $MoSe_2$ и WS_2 , соответственно. В качестве подложек выступили стальные образцы марок 100Cr6 и M2 (германский аналог стали ШХ15 и американский аналог стали P6M5, соответственно), предварительно отполированные до значения шероховатости $Ra < 30$ нм. Структура полученных пленок была следующая для первого состава – наноструктурированный $MoSe_2$ распределенный в углеродной матрице; для второго – нанокompозит $WS_2/WC/DLC$ (англ. diamond-like carbon – алмазоподобный углерод). Коэффициент трения $Mo-Se-C$ во влажной атмосфере при увеличении нагрузки до 100-120 Н снижается с 0,195 до 0,045, а $W-S-C$ с 0,240 до 0,075. Однако, вторая система, в отличии от первой, способна работать при нагрузках до 500 Н при которой коэффициент трения достигает 0,035; пленка $Mo-Se-C$ не выдерживает нагрузки свыше 120 Н. В сухой азотной атмосфере коэффициент трения при нагрузке 60 Н для первой системы составляет 0,055; для второй – 0,030. Также, в зависимости от продолжительности испытаний и при циклическом изменении влажности атмосферы меньший коэффициент трения демонстрирует нанокompозитная пленка $WS_2/WC/DLC$ [10-13].

В исследовании *Chun-Hua Ding и др.* методом холодного прессования давлением 200 МПа с последующим спеканием в индукционной печи, получены композиты следующего состава Ni/Cr (80/20, 60 мас.%), Cr₂O₃ (20 мас.%), Ag (10 мас.%) и BaF₂/CaF₂ (62/38, 10 мас.%). Предварительно порошки смешивались в шаровой мельнице в течении 10 ч. Полученные композиты IS304 обладают меньшим коэффициентом трения в отличии от композита PM304 полученного путем спекания в муфельной печи. Механическая обработка позволяет значительно уменьшить размер частиц порошка, в полученных образцах средний размер включений BaF₂/CaF₂ и Ag снижается с 30-70 мкм до менее 2 мкм, которые являются твердыми смазывающими добавками [14-17].

Концепцию усовершенствования хромоникелевых сплавов, подобную вышеуказанной, предлагают *Jinming Zhen и др.* Консолидация порошковой смеси сплава Inconel 718. (Ni₁₅Cr₁₂Mo₃Ti₁Al) и порошков BaF₂/CaF₂ (5, 10, 15 мас.%) и Ag (12,5 мас.%) осуществлена методом горячего прессования: давление прессования 28,3 МПа; температура 950 °С с выдержкой 20 мин.; затем, нагрев до 1200 °С с выдержкой 15 мин. Коэффициенты трения образцов колеблются в диапазоне 0,23-0,31 и диапазон скорости износа 1,1-43,0 *10⁻⁵ мм³/Нм в испытании с керамическими шариками Si₃N₄; в испытаниях со применением суперсплава Inconel 718 диапазон коэффициентов трения находится 0,23-0,34 и диапазон скорости износа 0,8-39,4 мм³/Нм. Замечено, что скорость износа для всех композитов возрастает с увеличением температуры и принимает наибольшее значение при температуре 600 °С, после чего происходит интенсивное снижение данного показателя до 1,1 и 0,8 в двух испытаниях, соответственно. Посредством романовской спектроскопии установлено, что при температуре 600 °С на поверхность композита преимущественно составляют Ag₂MoO₄, Cr₂O₃ и BaTiO₃, при 800 °С дополнительно образуются BaMoO₄, CaMoO₄, которые при 900 °С формируют двухкомпонентную стеклофазу на поверхности композита. Данная стеклофаза и

позволяет значительно снизить скорость износа композиционного материала [18-19].

Самосмазывающиеся керамические композиты на основе Y-TZP/Al₂O₃ получены и исследования в работах *Yong-Sheng Zhang и др.* Наноразмерный порошок ZrO₂-Y₂O₃-Al₂O₃ и микроразмерный порошок Mo, предварительно прошедшие мокрое смешивание в роторной мельнице, консолидированы методом горячего прессования при следующих условиях: давление прессования 30 МПа; температура спекания 1450 °С; время выдержки 1 ч. Исследованы фрикционные характеристики при комнатной температуре и 800 °С. Установлено, что при температуре 25 °С вне зависимости от содержания молибдена коэффициент трения колеблется около значения ~0,85. Однако, высокотемпературные испытания показали, что с увеличением количества Mo в композите коэффициент трения значительно снижается. Для образцов с содержанием Mo 0-20 мас.% коэффициент трения близок к значениям низкотемпературных испытаний, при этом для образцов содержащих 30 и 40 мас.% коэффициент трения снижается до 0,78 и 0,49, соответственно. Авторы связывают данную тенденцию с образованием MoO₃ на поверхности композита, который является смазывающим интерфейс компонентом [20-22].

Shengguo Zhou и др. исследовали тонкие пленки Al/a-C:H методом реактивного несбалансированного магнетронного распыления (англ. reactive unbalanced magnetron sputtering – RUMS) Al мишени в CH₄/Ar плазме на стальные подложки. Таким образом получены наноструктурированные системы Al/(Al + C), где наночастицы Al размером 3-5 нм равномерно распределены в углеродной матрице. Наиболее выдающимися трибологическими свойствами обладает композит содержащий Al 2,3 ат.%, так твердость составила 19,7 ГПа, коэффициент трения 0,06 и скорость износа $3,1 \times 10^{-16}$ м³/N·м [23-25].

Методом горячего прессования в работах *Wu Pan и др.* получена самосмазывающаяся керамика на основе В₄С. Спекание проводилось с использованием спекающих добавок в виде микродисперсных порошков Al₂O₃ и

Y_2O_3 , составляющие 4 и 6 мас.% композита, соответственно. Гексагональная кристаллическая структура BN, сходная со структурой графита и MoS_2 , позволяет использовать данное соединение в качестве твердой смазки, в т.ч. для керамических материалов. Температура спекания порошковой смеси, содержащей 0-30 мас.% BN, составила 1800 °С; давление прессования 30 МПа; выдержка – 1ч в атмосфере аргона. По результатам РФА, после спекания порошков происходит образование соединения $Al_5Y_3O_{12}$, которое формирует межфазную границу $V_4C/Al_5Y_3O_{12}/BN$, усиливающую адгезионные связи композита. Увеличения содержания BN в составе композита безусловно приводит к снижению твердости с 21,5 до 9,33 ГПа, соответственно, для массовой доли компонента 0 и 30 мас.%. Трибологические свойства определялись по отношению к телу трения изготовленному из серого чугуна. Коэффициент трения образцы содержанием BN 0 и 10 мас.% составил 0,5. Для образцов содержащих BN 20 и 30 мас.% снижен до 0,2. Также установлено, с увеличением содержания лубриканта скорость износа образцов снижается, а износ тела трения увеличивается [26-30].

Основными смазывающими добавками в составе композитов выступают: углерод аморфной и кристаллической фаз, сульфиды молибдена и вольфрама, галоиды (фториды) щелочноземельных металлов, хроматы, нитрид бора и др. Гексагональная структура графита позволяет эффективно смазывать поверхность трения значительно снижая износ материалов в широком диапазоне температур. Керамическая матрица способна обеспечить высокие механические характеристики будущих изделий

1.2. Высокотемпературные материалы

Одной из основных задач развития авиационной и ракетно-космической отраслей заключается в поиске высокотемпературных материалов нового поколения, способных функционировать в экстремальных условиях при температурах **свыше** ~ 2000 °С. КПД турбореактивных двигателей напрямую зависит от температуры сгорания топлива, что предъявляет новые требования к термохимической эрозии и термомеханической прочности материалов [31].

1.2.1. Оксидная керамика

Оксидная керамика относится к классу высокотемпературной керамики. Одной из особенностей данного класса является сохранение высоких механических свойств до температур составляющих 0,8-0,9 от температуры плавления [32]. Большинство представителей данной группы материалов обладает такими свойствами как высокая твердость и химическая инертность. Наиболее распространенными представителями оксидной керамики являются системы на основе глинозема Al_2O_3 и циркониевого ангидрида ZrO_2 [33].

Повышенные теплоизоляционные характеристики в сочетании с высокой прочностью на сжатие делают возможным использование алюмооксидной керамики в качестве конструкционного материала в условиях высоких температур, однако низкие значения ударной вязкости и прочности на изгиб и, как следствие, возросшая хрупкость препятствуют этому. Ударные нагрузки провоцируют быстрое распространение трещин по всему объему материала и приводят к разрушению изделия, что не допустимо для элементов ответственного назначения [34,35]. В связи с этим, изучению процессов хрупкого разрушения и механизмов упрочнения алюмооксидной керамики уделяется значительное внимание. Главной задачей ставится увеличение ударной вязкости материала, при этом необходимо сохранить прочностные характеристики керамики, в том числе при повышенных температурах.

Структурные особенности напрямую влияют на механические характеристики алюмооксидной керамики. Субмикронные и наноразмерные включения обеспечивают высокую прочность и твердость материала, а, следовательно, хрупкость керамики увеличивается, при этом увеличение размера зерна и величины аспектного отношения способно увеличить ударную вязкость [36,37]. Таким образом, увеличение ударной вязкости алюмооксидных керамик приводит к снижению твердости и прочности, что требует нахождения оптимального соотношения крупно- и мелкодисперсной фаз в составе материала.

Немаловажную роль в предотвращении распространения трещин играют различные упрочняющие фазы: металлы и интерметаллиды; оксидные и неоксидные керамические волокна и наночастицы.

Множество работ посвящены влиянию металлических включений на упрочнение оксидных керамических композитов. Металлы в отличие от керамических материалов обладают пластичностью, благодаря этому значительная часть энергии распространения трещины, сосредоточенная на острие, встречая на пути металлическое включение расходуется на совершение пластической деформации частицы металла. Помимо этого, возможно соединение трещин на деформированных частицах, как результат напряжения, создаваемые трещинами, замыкаются и интенсивность распространения трещин снижается [38-44].

Интерметаллиды, как и металлические включения, препятствуют распространению трещин благодаря действию механизма пластической деформации и соединения трещин. Особым механизмом противодействия является механизм остаточных напряжений, возникающий в связи с существенной разницей значений температурного коэффициента линейного расширения (КЛТР).

Как было сказано выше, не остаются в стороне и керамо-керамические композиционные материалы. Включения керамических компонентов в

алюмооксидную матрицу способно незначительно улучшить прочность и ударную вязкость композита. Включения могут быть представителями как оксидных (ZrO_2 , SiO_2 и др.), так и неоксидных (SiC , TiC и др.) керамик [45-47]. Механизм соединения и отражения трещин является главенствующим в подобных системах.

Оксид циркониевая керамика превосходит алюмооксидную по прочности на изгиб и ударной вязкости благодаря полиморфному переходу тетрагональной фазы в моноклинную, так называемый *t-m* переход. Данное превращение сопровождается возникновением сжимающих напряжений, т.к. объем элементарной ячейки моноклинной фазы больше тетрагональной. Запирающий эффект, возникающий благодаря сжимающим напряжениям, препятствует распространению трещин и снижает интенсивность данного процесса. Стоит отметить, что степень трансформационного перехода напрямую зависит от доли стабилизированной компоненты, т.е. чем большее количество неустойчивой фазы содержится в материале, тем лучше действует данный механизм упрочнения. В этой связи, широкое применение находит именно частично стабилизированный диоксид циркония (ЧСДЦ), который обладает повышенной прочностью на изгиб и трещиностойкостью [48-52].

Существенным ограничением для применения оксид циркониевой керамики является невозможность *t-m* перехода при температурах выше 800–1000 °С. При превышении температуры *t-m* перехода проявляются высокотемпературная ползучесть, а также падение прочности и трещиностойкости.

Эффективным способом предотвращения полиморфного превращения ZrO_2 достигается путем введения элемента замещения в виде тантала Та образующего тугоплавкий оксид Ta_2O_5 , который препятствует переходу ZrO_2 из моноклинной в тетрагональную фазу [53].

Композиционные материалы на основе муллита $Al(Al_2Si_{2-x}O_{5,5-0,5x})$, огнеупорного минерала с температурой плавления около 1850 °С, объемная

доля ZrO_2 в которых не превышает 20 об.% способны сохранять высокотемпературную прочность до 1350 °С продолжительный отрезок времени. Наибольшая прочность 600 МПа системы ЧСДЦ-муллит достигается при 1300 °С, при комнатной температуре прочность не превышает 400 МПа. Высокоресурсные варианты данных композитов обладают прочностью от 140 до 170 МПа при 20 и 1350 °С, соответственно. Высокотемпературная прочность и коррозионная стойкость являются главными преимуществами данного материала, однако низкие показатели теплопроводности и термостойкости, а также малая технологичность при производстве изделий сложной формы или больших размеров не позволяет применить данный материал в элементах теплоизоляции камер сгорания ГТД [55-61].

Эффект торможения трещин на границе раздела различных фаз нашел отражение в керамических композитах эвтектических составов $Al_2O_3-ZrO_2$ и $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$, оксид иттрия Y_2O_3 в данном случае выступает в роли стабилизатора, которые нашли широкое практическое применение. Прочностные характеристики данных композитов способны сохраняться до температур 1200-1300 °С, однако при этих условиях возможно проявления ползучести материала при изменениях структуры в результате воздействия внешних эксплуатационных факторов [62-65].

Компанией General Electric (США) разработан материал с торговым названием Nextel на основе алюмооксидной матрицы, в состав которой включены непрерывные оксидные волокна. Данный продукт активно используется в изготовлении элементов газотурбинных двигателей. Существуют различные модификаций данного композита с измененными составами как волокон, так и самой матрицы-носителя [66-69].

Материалы данного типа изготавливаются в соответствии со следующими двумя концепциями. Согласно первой из них, на поверхности волокон необходимо сформировать слабую интерфазу с низким значением ударной вязкости, которая позволит активизировать упругие свойства волокон

при изгибающих нагрузках. При этом распространение трещин предотвращается путем отражения трещин и направленного скольжения вдоль интерфейсы [70]. На данный момент представлено несколько таких покрытий – это фосфаты редкоземельных элементов (например, LaPO_4) или вольфрамат кальция CaWO_4 [71-77].

Вторая концепция предполагает создание слабой матрицы с большим количеством пор и микротрещин, при этом связь между матрицей и волокнами должна быть достаточно прочной. Таким образом получается, что энергия внешних изгибающих напряжения рассеивается в пористой матрице, содержащей множество микротрещин. В настоящий момент материалы подобного типа изготавливаются в основном на основе алюмосиликатной матрицы с различными волокнами марки Nextel [78]. Все материалы, изготовленные по данному принципу, имеют достаточно низкую прочность в поперечном направлении. Пористость препятствует распространению трещин при этом значительно снижает прочностные характеристики материала, все это говорит о необходимости детальной доработки данного вопроса.

1.2.2. Бескислородная керамика

Перспективным направлением решения данного вопроса является разработка композиционных керамик на основе боридов, карбидов, нитридов переходных металлов IV-V групп периодической системы химических элементов, а также карбида кремния [79]. Температуры плавления нитридных соединений, за исключением нитрида гафния HfN , близки к порогу в $3000\text{ }^\circ\text{C}$, но не превышают его (см. таблица 1.1). Более высокие температуры плавления демонстрируют бориды и карбиды. Соединения титана Ti и циркония Zr обладают меньшей плотностью, чем соединения гафния Hf и тантала Ta , что в дальнейшем значительно скажется на массе готовых изделий. Таким образом, следует отдать предпочтение материалам на основе карбидов циркония ZrC и титана TiC [80].

Таблица 1.1 – Основные свойства высокотемпературных неоксидных керамик

Соединение	Тип кристаллической решетки	Плотность, г/см ³	Температура плавления, °С
HfB ₂	Гексагональная	11,20	3380
ZrB ₂		6,10	3245
TiB ₂		4,52	3225
TaB ₂		12,54	3040
HfC	Гранецентрированная кубическая	12,76	3900
ZrC		6,56	3400
TiC	Кубическая	4,94	3100
TaC		14,50	3800
HfN	Гранецентрированная кубическая	13,90	3385
ZrN		7,29	2950
TiN		5,39	2950
TaN	Кубическая	14,30	2700
SiC	Полиморфная	3,21	Диссоциация 2545

Карбид кремния SiC, обладающий высокой твердостью и устойчивостью к окислению при повышенных температурах, и различные композиты на его основе уже долгое время применяются в космической отрасли для защиты наиболее термонагруженных элементов летательных аппаратов [81]. Основным недостатком данного материала, в настоящее время, является относительно низкая температура плавления 2545 °С, рабочая температура при этом не позволяет превысить предел в 1650 °С, что не соответствует современным требованиям и свидетельствует о необходимости глубокой доработки и/или поиска новых решений в данной области [82,83].

Увеличение рабочих температур и окислительной стойкости композитов на основе SiC достигается следующими путями:

- добавлением переходных металлов IV-V групп с образованием тугоплавких соединений (карбидов, боридов, а также силицидов) [80,84-86];
- добавлением редкоземельных элементов (Y, La, Gd и др.), которые при окислении способны образовывать тугоплавкие оксиды толщиной более 100 мкм [87-90].

Для последнего, существует ряд работ указывающих, что увеличение теплостойкости с добавлением редкоземельных элементов при температурах выше 2000 °С не происходит [91,92]. В целом же исследователи сходятся во мнении, что их применение целесообразно при температурах не превышающих вышеуказанного порога.

Для защиты носовых обтекателей и кромок широкое применение нашла система ZrB_2-SiC . В данной композиции защитным барьером выступает боросиликатное стекло $SiO_2-B_2O_3$, формирование которого происходит в результате окисления поверхностных слоев композита при повышении температур до 1500 °С.

Интересным направлением развития материалов на основе SiC является использование углеродных материалов в качестве армирующих компонентов. Введение нанотрубок УНТ способно многократно увеличить прочность получаемых композитов, однако остается не решенной задача их равномерного распределения по объему [93,94].

В одной из работ указано, что при добавлении графена в керамику на основе ZrB_2 в количестве 6 мас.% прочность возрастает с 162 до 316 МПа, а относительная плотность увеличивается с 85 до 95%. Это говорит о лучшей спекаемости порошка и, возможно, повышении термопрочности керамики (результаты термических испытаний в исследовании не приводятся) [95].

Карбиды переходных металлов, как уже было отмечено, являются сверхвысокотемпературными материалами, обладают высокой твердостью, прочностью и износостойкостью, а также имеют высокую температуру окисления, при этом образуются высокотемпературные стабильные оксиды [96]. Для элементов IV и V групп температура плавления карбидов выше, чем самих металлов. В то же время, для элементов VI группы температура плавления карбидов снижается. Грубая интерпретация этой тенденции заключается в том, что максимумы связаны с образованием наполовину

заполненной d-оболочки, и для этого углерод отдает один электрон на металл. В связи с этим была установлена следующая закономерность (рисунок 1.1)

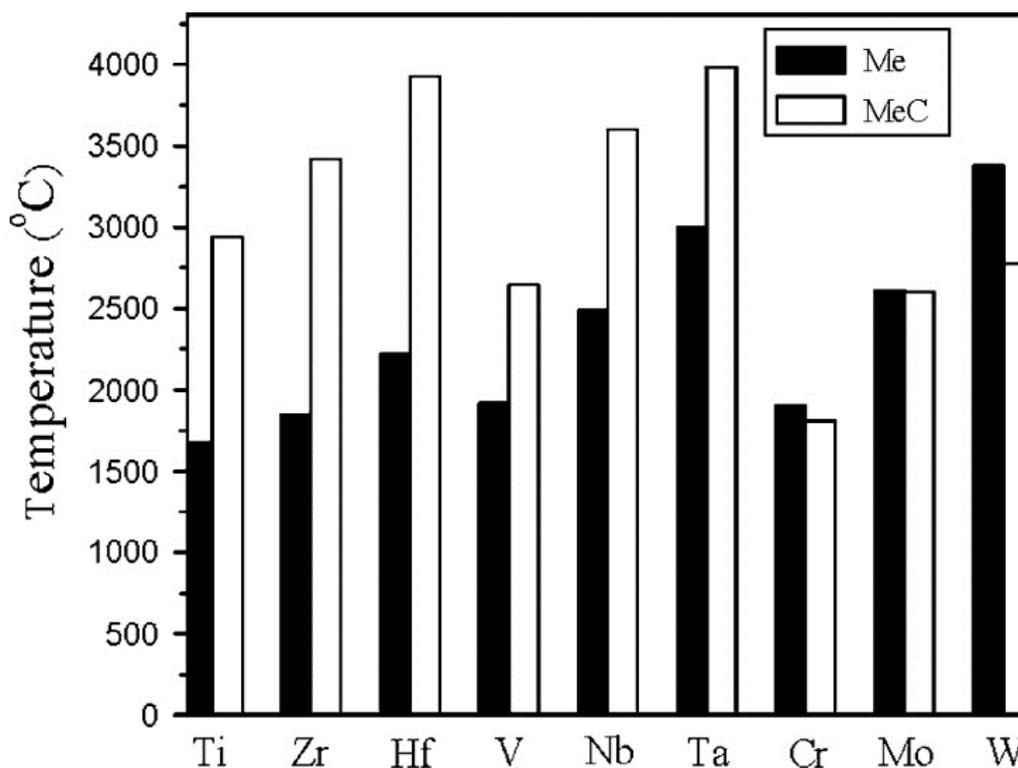


Рисунок 1.1 – Температуры плавления переходных металлов IV-VI групп и их карбидов [97]

Карбид-углеродные системы металлов переходной IV группы, также устойчивые к окислению [98,99], могут являться решением в создании сверхвысокотемпературных материалов нового поколения. Помимо этого, данные материалы обладают способностью поглощать и рассеивать энергию упругих деформаций возникающих при распространении трещин, что свидетельствует о высокой устойчивости к тепловым ударам [100].

Подобные системы (например, системы ZrC/C) можно получить путем пропитки углеродного C каркаса расплавленным металлическим цирконием Zr, температура плавления которого составляет 1855 °C, в свою очередь температура возгонки углерода составляет 3500 °C. Структурный анализ выявил следующие особенности поверхности, а именно: непрерывные слои ZrC окруженные углеродными волокнами и частицы ZrC островкового типа распределенные в эвтектической фазе α -Zr-ZrC. Изготовленные из данного

материала камеры сгорания, разработанные компанией Ultramet AMS, успешно прошли испытания на жидкотопливных ракетных двигателях в лаборатории NASA's Glenn Research Center [101].

Также для получения данной композиции в качестве пропитывающего расплава используют интерметаллиды циркония и меди Zr-Cu, т.к. соединения данной группы материалов являются легкоплавкими (температура плавления не превышает 1200 °С), что значительно облегчает процесс получения исследуемого композита. С увеличением содержания меди в ряду соединений Zr_2Cu , $ZrCu$, Zr_7Cu_{10} выявлено изменение прочности на изгиб 62.7, 98.2 и 91.1 МПа, соответственно, при объемной доле углеродных волокон 32 %об [102]. Проведены абляционные испытания в пламени горелки оксиацетиленов при следующих условиях: величина теплового потока 4200 кВт/м², температура пламени 3100 °С, длительность испытания 60 с. В ходе исследования система ZrC/C продемонстрировала высокие анти-абляционные свойства при незначительном изменении структуры поверхности. С увеличением содержания Cu происходит линейное снижение скорости абляции с 0,0019 до 0,0006 мм/с, в то время как скорость потери массы увеличивается с 0,0006 до 0,0047 г/с. Данное противоречие объясняется следующим образом: медь, содержащаяся в интерметаллиде Zr_7Cu_{10} , плавится и затем испаряется под действием высокой температуры пламени горелки. Абляционный механизм совмещает в себе несколько основных процессов. На ранних стадиях происходит окисление ZrC, C и металлического расплава Zr-Cu. Параллельно процессу окисления расплава происходит его испарение с поверхности композита в наиболее термонагруженных участках. Завершает процесс абляции диффузия кислорода через плотные слои ZrO_2 и дальнейшее испарение расплава Cu. Создание защитной пленки ZrO_2 на поверхности композита, а также испарение расплава Cu оказывает важное защитное действие в процессе абляции [103].

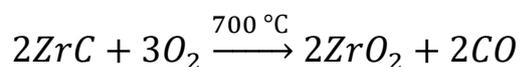
1.3. Карбид циркония. Получение, применение, свойства.

Карбид циркония ZrC представляет собой твердый раствор внедрения углерода C в цирконии Zr. Имеет гранцентрированную решетку типа хлористого натрия NaCl, в которой углерод занимает пустоты октаэдрической формы в пространстве между атомами циркония [104,105]. Данному материалу присущи такие характерные свойства как: тугоплавкость (температура плавления равна 3527 °С) и повышенная твердость (24 ГПа). Более подробно основные характеристики карбида циркония представлены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Свойства карбида циркония [106,107]

Тип кристаллической решетки	Кубическая-NaCl
Параметр решетки, Å	4,697
Плотность, г/см ³	6,73
Температура плавления, °С	3532
Температура окисления, °С	700
Коэффициент линейного температурного расширения, 10 ⁻⁶ К ⁻¹	7,01
Теплопроводность, кал/см*с*°С	0,09
Твердость, ГПа	24
Прочность, кгс*мм ²	7,6
Модуль упругости, кгс*мм ²	35500

Карбид циркония устойчив к окислению как в воде, так и во влажном и сухом воздухе при температурах ниже красного каления. Температура окисления составляет около 700 °С, при которой происходит реакция горения с образованием диоксида циркония.



Карбид циркония относится к сверхтвердой высокотемпературной керамике, применяемой в качестве носовых обтекателей, передних кромок ракет и сверхзвуковых транспортных средств, в реактивных двигателях, компонентах топлива для высокотемпературных ядерных реакторов, режущих инструментов и т.д. Консолидация систем на основе карбида циркония напрямую зависит не только от приложенных давления прессования и

температуры спекания, но и кинетических ограничений спекания: прочных ковалентных связей; примесей кислорода на поверхности частиц; низкой скорости диффузии. Множество работ посвящено различным методам спекания систем на основе карбида циркония. Важное значение в получении высокоплотных материалов с сохранением высоких механических и термических характеристик играют включения различных фаз, добавки-инициаторы спекания, размеры и форма частиц [108].

Влияние углерода на состав, структуру и свойства карбидов металлов переходных IV-V групп изучается достаточно длительное время. Так в работах Хаселмана и соавторов [109] получены образцы системы ZrC-C методом горячего прессования при температуре 2250 °С. Увеличение содержания свободного кремния с 0 до 41,1% приводит к падению модуля упругости с 475 до 123 ГПа.

Лейполдом и др. [110] проведены исследования о влиянии температур до 2600 °С на механические характеристики ZrC. При температурах выше 2100 °С прочность снижается до 14,8 МПа и ниже, относительное удлинение превышает 40%. Методом дугового плавления получены отливки сплава карбид циркония – графит с атомным содержанием углерода в диапазоне 54 – 71 атомных долей. Точка эвтектики находится в этом диапазоне и составляет 65 атомных долей углерода, температура кипения данного состава 2850 °С. Структура монокарбида типична для однофазных материалов, обладающих равноосной структурой. В доэвтектическом составе карбид циркония кристаллизуется в дендритной форме. Микроструктура эвтектического состава характеризуется чередующимися фазами карбида кремния и графита пластинчатой формы. Заэвтектическая структура характеризуется хлопьевидными включениями графита в карбидной матрице [111]. С увеличением содержания углерода происходит снижение величины модуля упругости с 240 ГПа для 54 ат.% до 71 ГПа для 71 ат.%, стоит отметить что при преодолении точки эвтектики наблюдается резкое падение модуля Юнга. [112].

Образование стехиометрического ZrC происходит редко при этом область гомогенности широка и находится в диапазоне отношения углерода C к цирконию Zr от 0,3 до 0,98 [114].

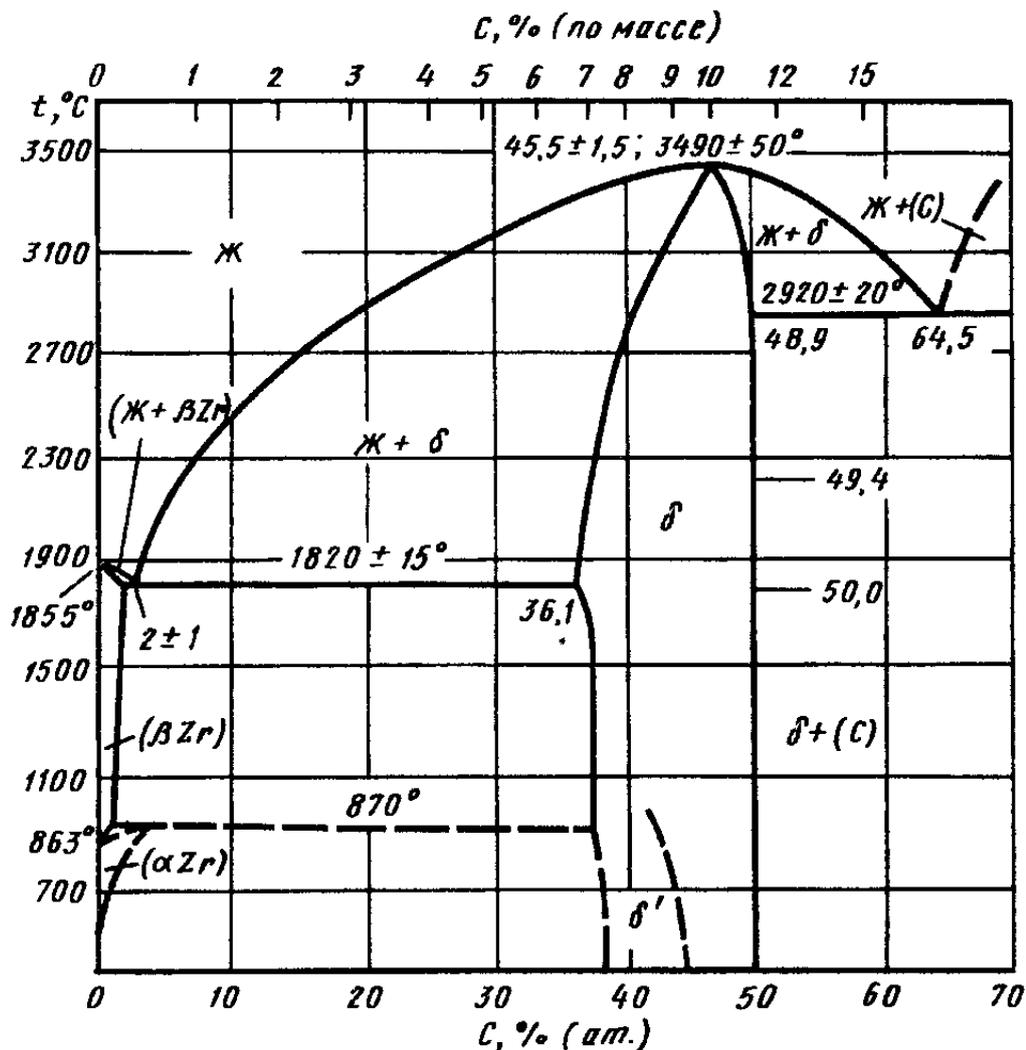


Рисунок 1.2 – Диаграмма состояний цирконий – углерод (Zr-C) [105]

Активно используется метод горячего прессования для получения керамик на основе ZrC. Горячее прессование в закрытых пресс-формах представляет собой процесс консолидации порошковых материалов посредством одновременного приложения осевого давления и спекания порошкового тела. Метод горячего прессования эффективен для получения различных типов керамик, в том числе высокотемпературных. Данный процесс, как правило, осуществляется в графитовых пресс-формах в вакууме или защитной атмосфере аргона. Главными достоинствами метода являются

высокие прочностные характеристики получаемых изделий и сокращение времени процесса благодаря объединению процессов спекания и прессования [115]. Некоторые принципиальные схемы установок горячего прессования представлены ниже (рисунок 2.6.).

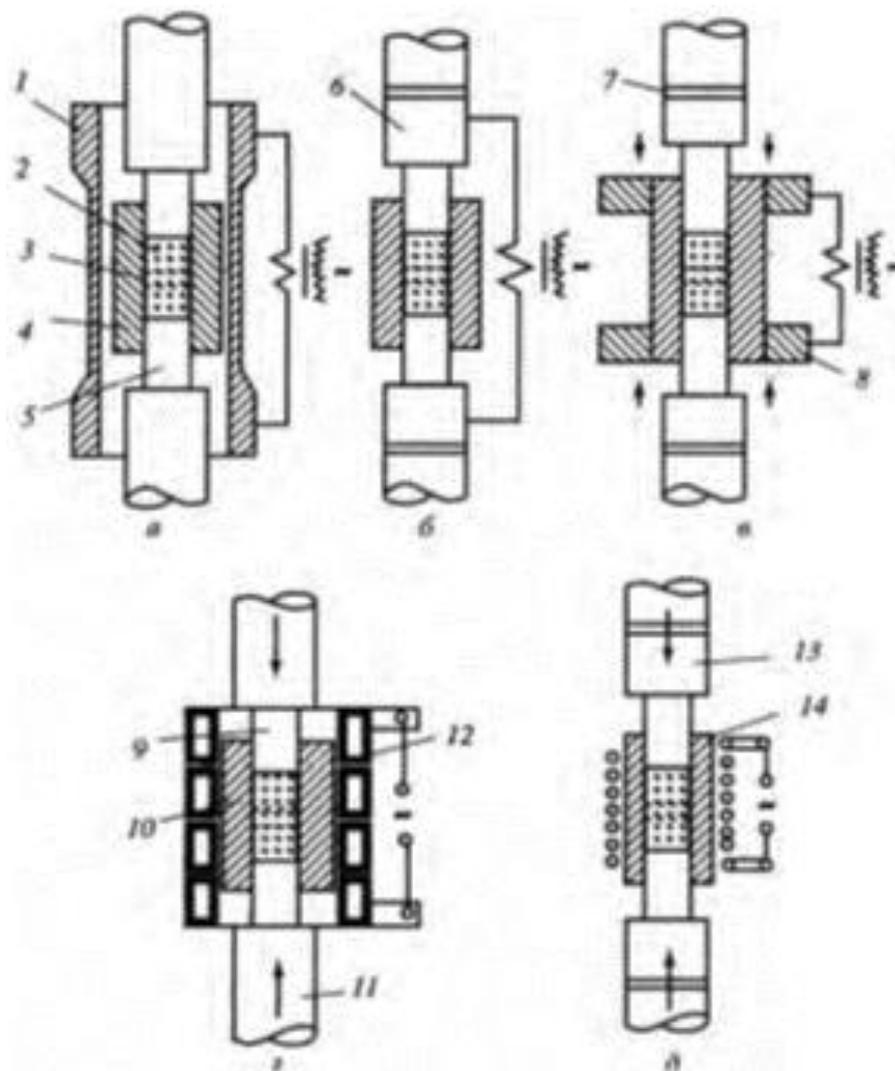


Рисунок 1.3 – Схема двустороннего горячего прессования в пресс-формах в сочетании со способами нагрева: а – косвенный нагрев сопротивлением; б – прямой нагрев сопротивлением при подводе тока к пуансонам; в – прямой нагрев сопротивлением при подводе тока к матрице; г – индукционный нагрев токопроводящей (графитовой) матрицы; д – индукционный нагрев порошка в нетокопроводящей пресс-форме. 1 – нагреватель, 2 – порошок, 3 – спеченное изделие, 4 – матрица, 5,6 – пуансоны, 7 – изоляция, 8 – графитовый или медный контакт, 9 – графитовый пуансон, 10 – графитовая матрица, 11 – керамика, 12 – индуктор, 13 – керамический пуансон, 14 – керамическая матрица [116]

Технология получения высокотемпературных керамик с включениями углерода, как правило, осуществляется в несколько стадий. Во-первых, углеродная шихта и керамический порошок подвергаются термической обработке для удаления газовых примесей с поверхности частиц. После чего, осуществляется перемешивание компонентов и активаторов спекания, в планетарных мельницах либо ручным способом. В-третьих, полученная смесь помещается в пресс-форму, после чего осуществляется процесс горячего прессования [117-120].

ZrC керамика получена с добавлением VC, NbC и TaC при температуре 1900 °C с выдержкой в течении 1 часа. Наибольшее значение относительной плотности 98% продемонстрировал образец с содержанием VC 2,5 об.% [121]. Добавка TaSi₂ объемной долей в 15 об.% способно обеспечить относительную плотность в 99,9% при давлении 30 МПа и температуре спекания 1697 °C в течении 6 минут в вакууме. Твердость HV составила 17,9 ГПа, параметр трещиностойкости K_{1C} равен 3,6 МПа*м^{1/2}. [122]. Получен композит системы ZrC-MoSi₂ при температуре 1900 C, выдержке 1 час, давлении прессования 30 МПа [123].

В работах [124,125] при температуре 2000 °C и давлении 30 МПа получены композиты с добавлением SiC в 20 и 30 об.% относительная плотность которых составила 98,4 и 97%, соответственно. Композит с добавлением SiC 20об.% при тех же условиях синтеза, что и в предыдущей работе достиг величины относительной плотности в 99,2%, предела упругости 626,17 МПа и трещиностойкости 5,03 МПа*м^{1/2} [125]. Давлением в 50 МПа и температурой 1900 °C, достигнута относительная плотность 99%, твердость HV 17,5 ГПа, модуль упругости 415 ГПа [126].

Не менее интересным представляется метод искрового плазменного спекания (ИПС или англ. Spark-Plasma-sintering/SPS), данный метод позволяет увеличить скорость нагрева и сократить время выдержки, что предотвращает рост кристаллитов внутри компакта.

Изменение условий синтеза позволяет получать керамику с различными характеристиками, так для консолидированных порошков ZrC [127] (мольное соотношение $Zr:C=0,96$) при увеличении давления с 1900 до 2100 °С, времени выдержки с 6 до 30 минут, давлении с 40 до 70 МПа относительная плотность возрастает с 96 до 99%. В другой работе [128], посредством спекания порошков циркония и углерода при давлении 10 МПа, температуре 1245 °С и выдержке 30 минут получены пленки ZrC толщиной 10-15 мкм.

Также с применением данного метода изучено влияние механической обработки (в шаровых мельницах) на температуру спекания с целью получения высокоплотных образцов (относительная плотность $\sim 99,9\%$) [129]. Установлено, что при давлении прессования 75 МПа увеличение времени механической обработки с 3 до 60 минут позволяет уменьшить температуру спекания с 2050 до 1900 С, при сохранении высокой плотности образцов. Добавление SiC, как указано в работе [130], в условиях прессования при температуре 1950 °С, выдержке 15 минут и давлении 50 МПа, в количестве 10 и 30 мас.% позволяет увеличить температуру окисления до 1727 и 1527 °С, соответственно. При этом, в работе [131], что данная добавка не влияет на процесс спекания, и не создает препятствий при механической обработке в шаровых мельницах.

В свою очередь [132], добавление $MoSi_2$ в количестве 9 об.% позволяет снизить температуру спекания с 2100 до 1700 °С при сохранении относительной плотности 99% и увеличении твердости с 17,9 до 20,0 ГПа. В полученном композите [133] ZrC_x-ZrB_2 с увеличением содержания ZrB_2 происходит рост плотности образцов в одних условиях: температура – 1950 °С, выдержка – 10 минут, давление – 100 МПа. Температура начала спекания при содержании ZrB_2 57 мол.% смещается от 1620 °С для ZrC к 1430 °С.

2. Материалы и методики

Материалы. Для синтеза композиционной системы карбид циркония – углерод использованы порошки крупного и мелкого микродисперсного карбида циркония и технического углерода марки П-234, характеристики которого представлены в таблице 2.1:

Таблица 2.1 – Основные характеристики технического углерода П-234*

Марка углерода	Абсолютная плотность, г/см ³	Насыпная плотность, г/см ³	Удельная поверхность, м ² /г	Массовая доля серы, % не более
П-234	1,7	0,34	109 ± 5	1,1

*Данные приведены в соответствии с ГОСТ 7885-86 [134]

Методики. Процесс горячего прессования осуществлялся по схеме одностороннего сжатия. Пресс-формы выполнены из графита высокой плотности. Во избежание спекания пресс-формы и пуансонов с образцом, использована графитовая бумага в качестве прокладки. Прессование проведено в атмосфере аргона с величиной давления 1 атм при предварительной вакуумизации до 0,1 атм.

Температурный режим выполнен следующим образом: нагрев линейно осуществлялся в течении 10 минут; выдержка в течении 15 минут при температуре ~1800 °С; охлаждение в течении 15 минут до температуры около 400 °С; естественное охлаждение в течении 15 минут в рабочей камере. Параллельно выполнен режим прессования: спустя 5 минут после начала нагрева на образец прикладывается возрастающее до 22,6 МПа давление в течении 5 минут; максимальное давление достигается с ростом температуры нагрева образца, и выдерживается в течении 15 минут; далее происходит снятие нагрузки в течении 5 минут. Графически режим представлен на рисунке 3.1.

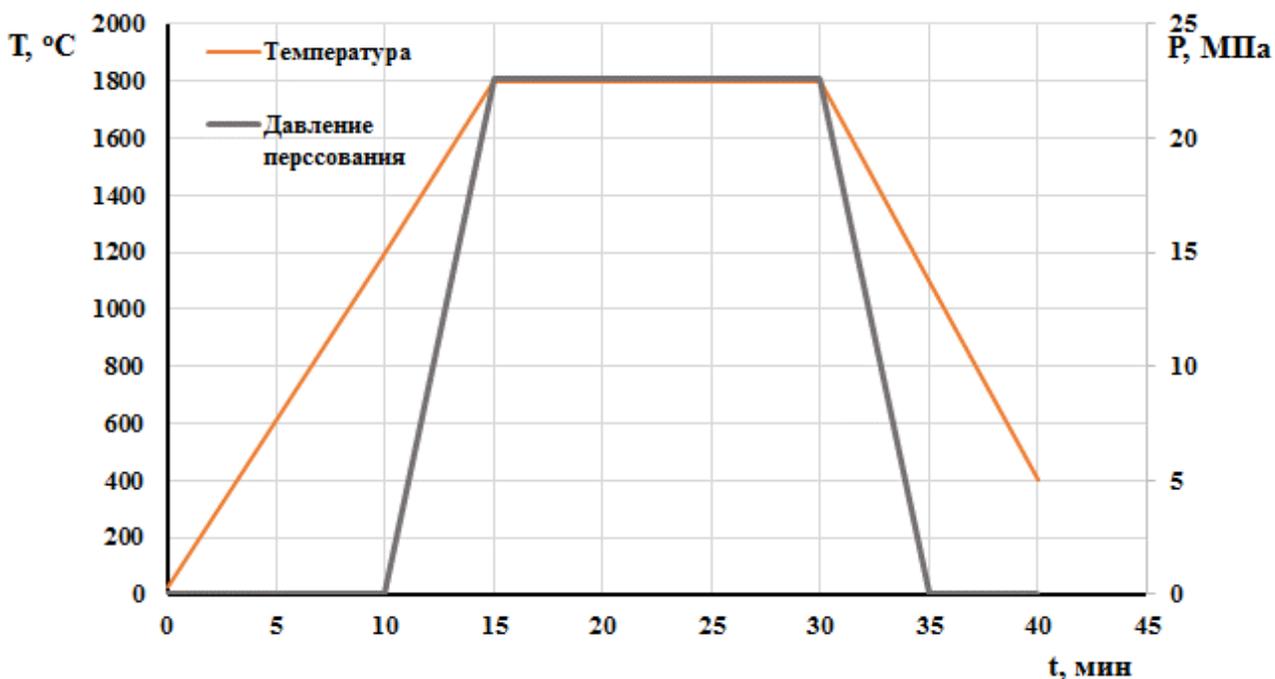


Рисунок 2.1 – Режим получения композиционных материалов методом горячего перессования (НР)

Рентгенофазовый анализ. Кристаллическая структура и фазовый состав композитов и исходных порошков исследовались на рентгеновских дифрактометрах Shimadzu XRD-7000S [136] (результаты предоставлены НОИЦ «Наноматериалы и Нанотехнологии» ТПУ) и ДРОН-3 [137] (лаборатории ФНФМ ИФПМ СО РАН) с использованием монохроматического Cu-K α излучения; интервал измерений для порошков 10-80°, для композитов 30-120°; шаг гониометра – 0,05°; время экспозиции – 3 с.

Растровая электронная микроскопия. Исследование структуры порошков и керамических образцов, полученных методом горячего перессования, проводилось на установке «Tascan VEGA3» [138] с установленным термоэмиссионным вольфрамовым катодом в режимах отраженных и вторичных электронов, при ускоряющем напряжении 20 и 30 кВ.

Механическая обработка порошковых смесей осуществлялась в планетарной мельнице-активаторе АГО-2 с частотой вращения 1290 об/мин и центростремительным ускорением, развиваемом мелющими телами, 300 м/с².

3. Структура и свойства композиционной керамики ZrC/C

3.1. Фазовый состав и структура порошков ZrC и C

Подготовка порошковых смесей, состоящих из крупных и мелких порошков карбида циркония и технического углерода П-234, осуществлялась следующим образом: порошки C и ZrC смешивались в соответствующих пропорциях (объемная доля углерода в смеси составила 0, 1, 3, 5, 10, 15 об.%); первая группа смесей подвергалась гомогенизации путем жидкофазного перемешивания в этиловом спирте при одновременной сушке в печи с температурой 180 °С. Вторая группа порошков смешивалась в планетарной мельнице в течение 5 минут.

Таблица 3.1 – Фазовый состав порошковых смесей

Объемная доля C, %об.	Масса смеси m(ZrC+C), г	Масса ТУ-234 m(C), г	Масса ZrC m(ZrC), г	Теоретическая плотность композита ρ_t , г/см ³
0	25	0,00	25,00	6,73
1		0,07	24,93	6,68
3		0,21	24,79	6,58
5		0,35	24,65	6,48
10		0,73	24,27	6,23
15		1,14	23,86	5,98

Рентгенограммы порошков получены на дифрактометре Shimadzu XRD-7000S (результаты предоставлены НОИЦ «Наноматериалы и Нанотехнологии» НИ ТПУ) с применением монохроматического Cu-K α излучения.

На рентгенограмме углерода (рисунок 3.1) наблюдается значительное уширение пиков, что может говорить о наличии как аморфной, так и нанокристаллической фаз, что требует дополнительного уточнения при помощи методов электронной микроскопии.

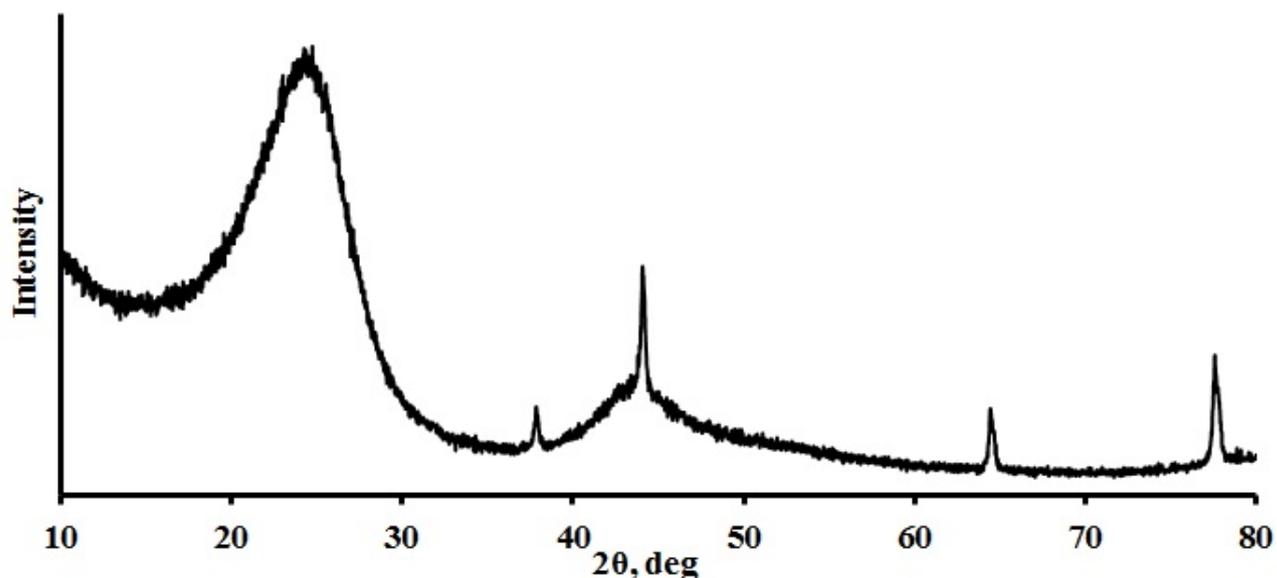


Рисунок 3.1 – Рентгенофазовый анализ порошка углерода С марки П-234

Приведенные ниже (рисунок 3.2) снимки, полученные с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ), свидетельствуют о том, что порошок технического углерода представляет собой крупные гранулы, состоящие из агломератов размером от 20 до 50 мкм. В свою очередь, агломераты образованы более мелкими частицами менее 1 мкм.

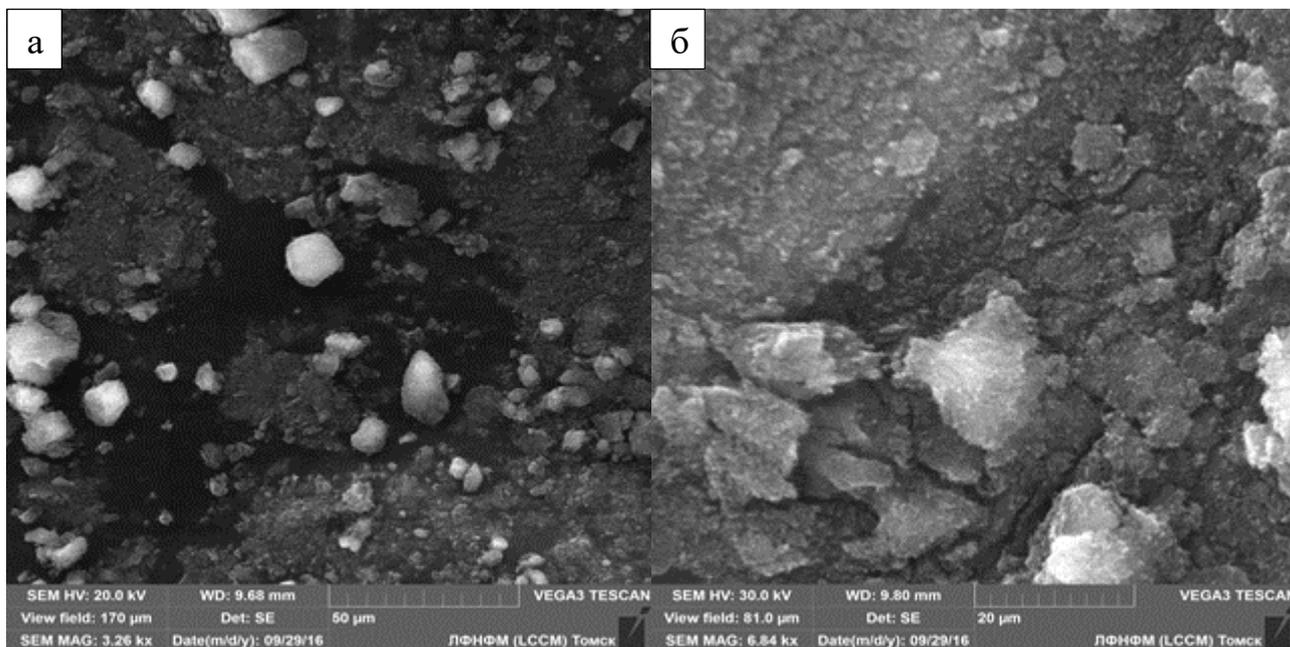


Рисунок 3.2 – Растровые изображения порошка технического углерода П-234: а – увеличение 3,26 кх; б – увеличение 6,84 кх

Четко выражены основные пики карбида циркония (рисунок 3.3), отсутствуют какие-либо значительные примеси, период решетки 0,4695 нм. Область когерентного рассеяния порошка – 70 нм, величина искажения кристаллической решетки $0,9 \times 10^{-3}$.

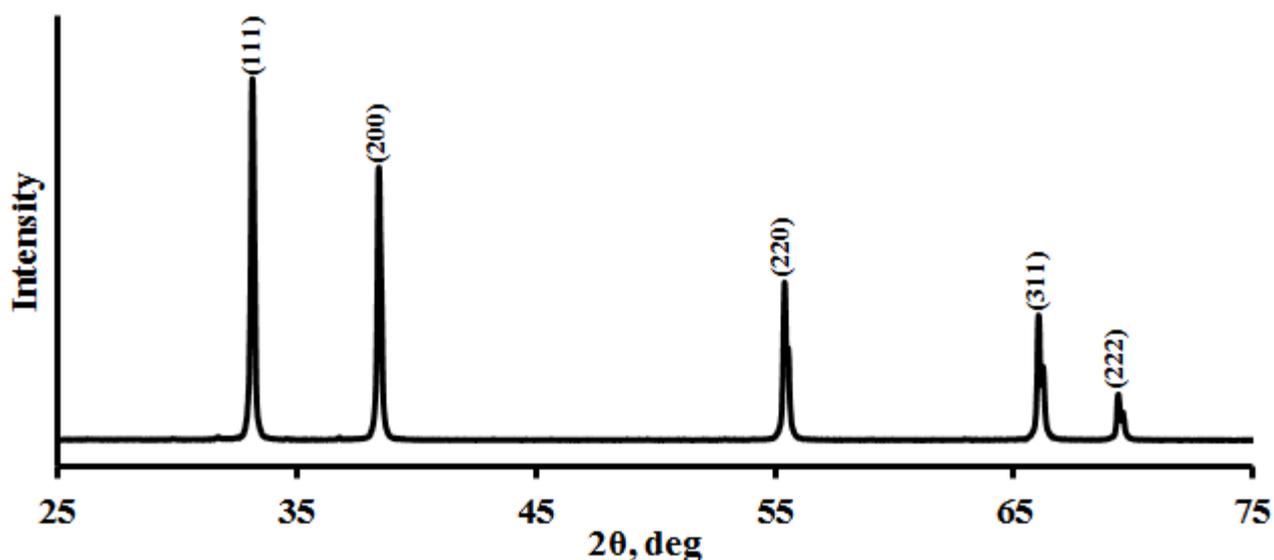


Рисунок 3.3 – Рентгенограмма крупнодисперсного порошка I-0-ZrC

Механическая обработка в планетарной мельнице способствовала уменьшению периода решетки до 0,4692 нм, ОКР порошка до 20 нм; величина искажения кристаллической решетки выросла до $3,8 \times 10^{-3}$.

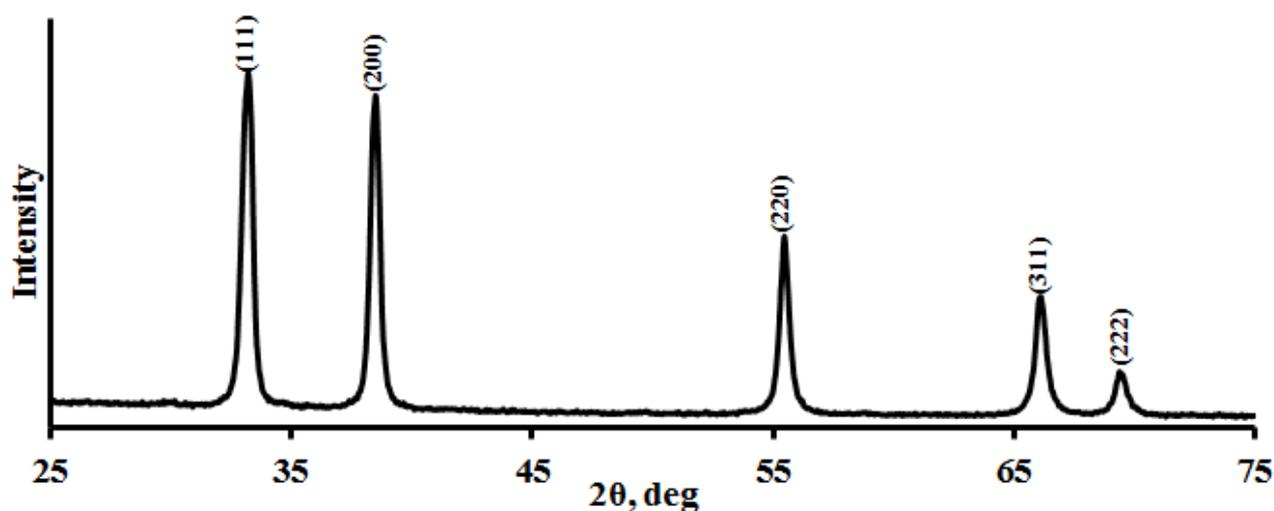


Рисунок 3.4 – Рентгенограмма крупнодисперсного порошка I-I-ZrC, подвергнутого механической обработке в планетарной мельнице

Порошок крупнодисперсного карбида циркония I-0-ZrC (рисунок 3.5) составляют частицы неправильной формы размером от 1,0 до 8,5 мкм и средним диаметром равным 3,5 мкм, которые образуют более крупные агломераты до 20 мкм. Распределение частиц по размерам (рисунок 3.6) носит унимодальный характер, модальный диаметр равен 2,5 мкм.

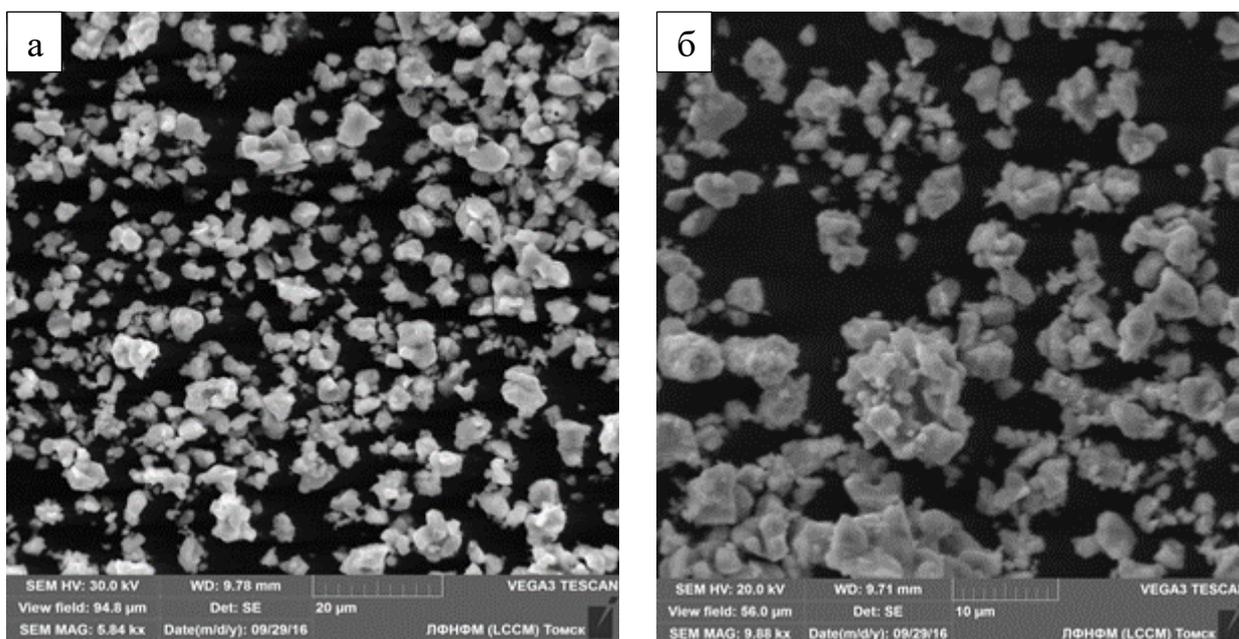


Рисунок 3.5 – Растровые изображения крупнодисперсного порошка карбида циркония I-0-ZrC: а – увеличение 5,84кх; б – увеличение 9,88 кх

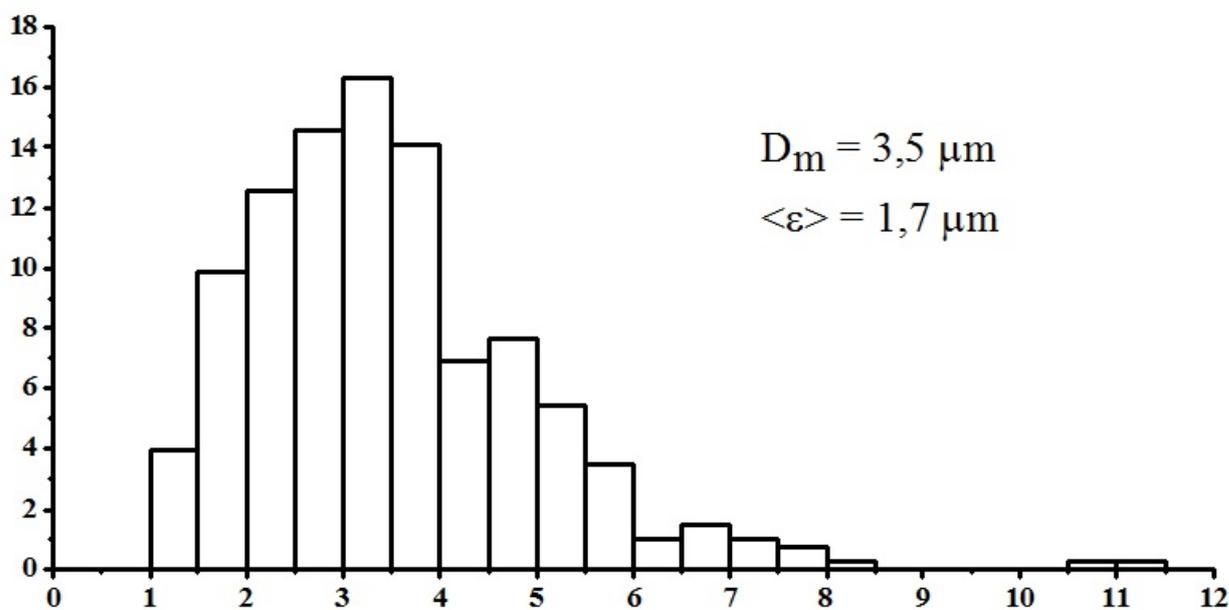


Рисунок 3.6 – Распределение частиц по размерам порошка I-0-ZrC

Порошок I-I-ZrC (рисунок 3.7), подвергнутый механической обработке в планетарной мельнице, составляют частицы неправильной формы размером от 0,3 до 8,1 мкм и средним диаметром равным 1,6 мкм. Распределение частиц по размерам (рисунок 3.8) носит унимодальный характер.

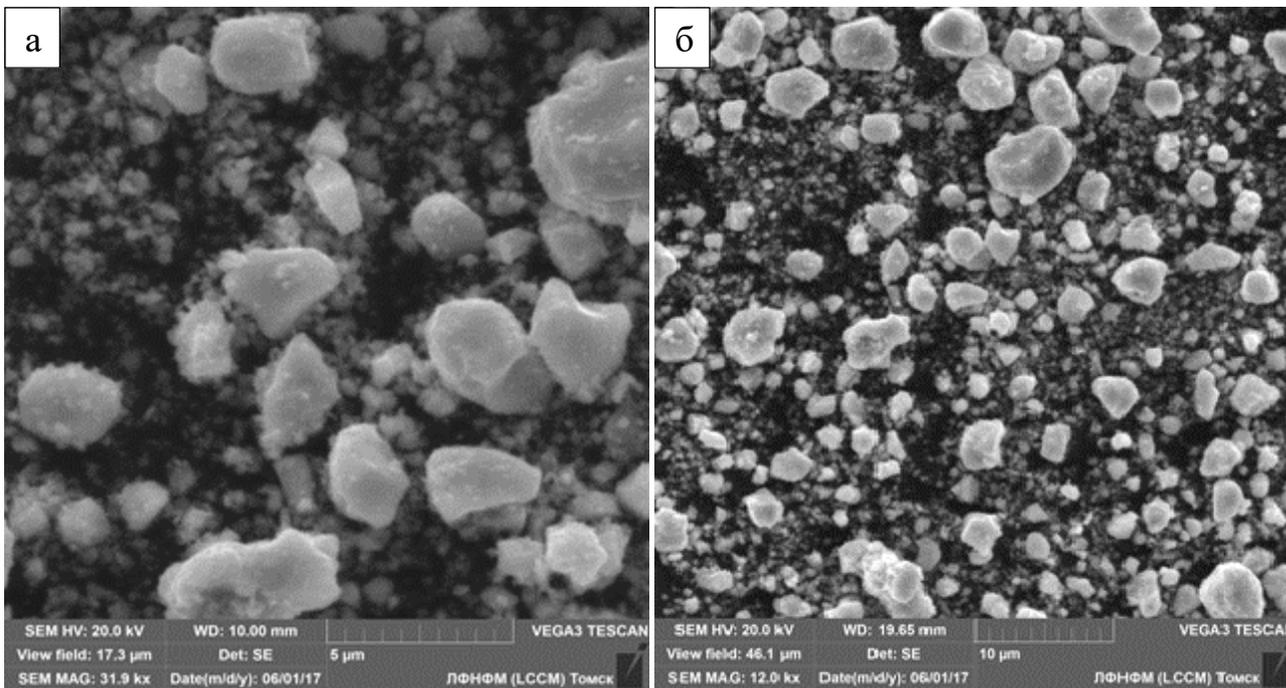


Рисунок 3.7 – Растровые изображения крупнодисперсного порошка I-I-ZrC после механической обработки: а – увеличение 31,9 кх; б – увеличение 12,0

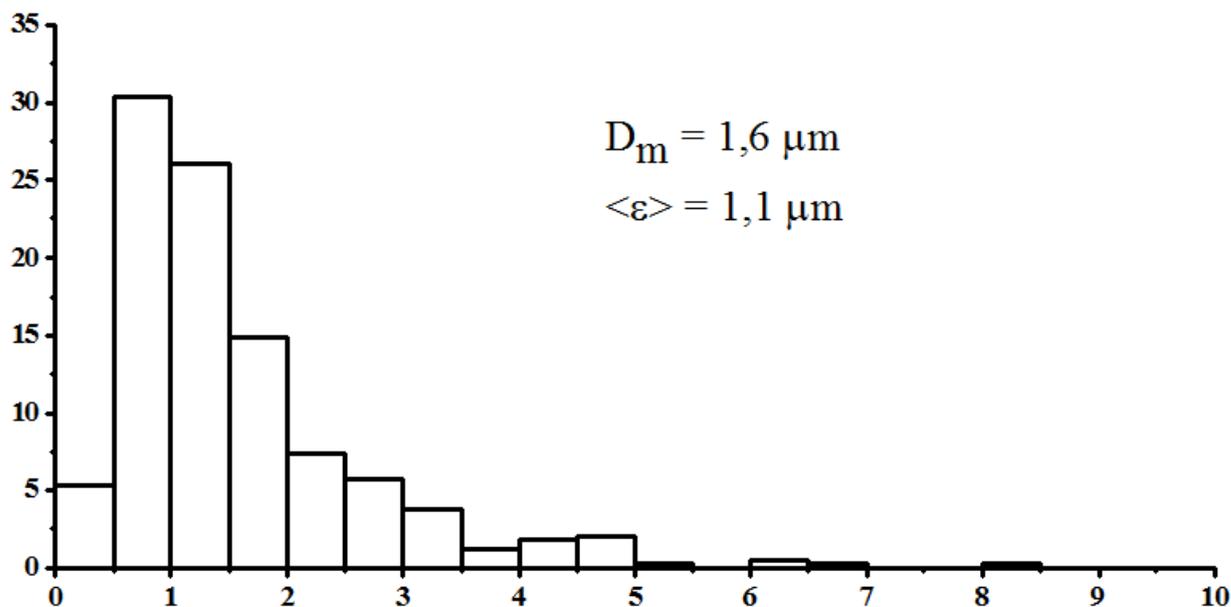


Рисунок 3.8 – Распределение частиц по размерам порошка I-I-ZrC после механической обработки

На рентгенограмме мелкодисперсного порошка II-0-ZrC (рисунок 3.9) выявлены основные пики ГЦК карбида циркония, сторонних фаз и примесей не обнаружено. Период решетки равен 0,4694 нм. ОКР порошка составляет 35 нм, дисторсия – $2,3 \times 10^{-3}$.

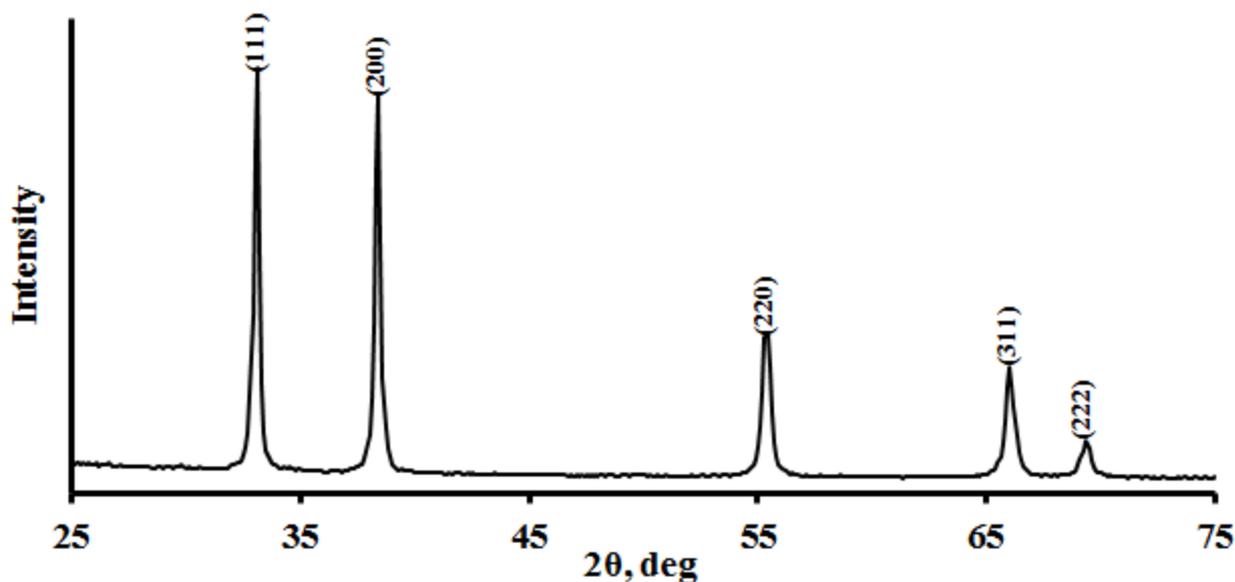


Рисунок 3.9 – Рентгенофазовый анализ мелкодисперсного порошка карбида циркония II-0-ZrC

Механическая обработка мелкодисперсного порошка ZrC не привела к существенному изменению параметров КР и составила до 0,4695 нм, ОКР порошка равна 20 нм; величина микродисторсии возросла до $4,6 \times 10^{-3}$.

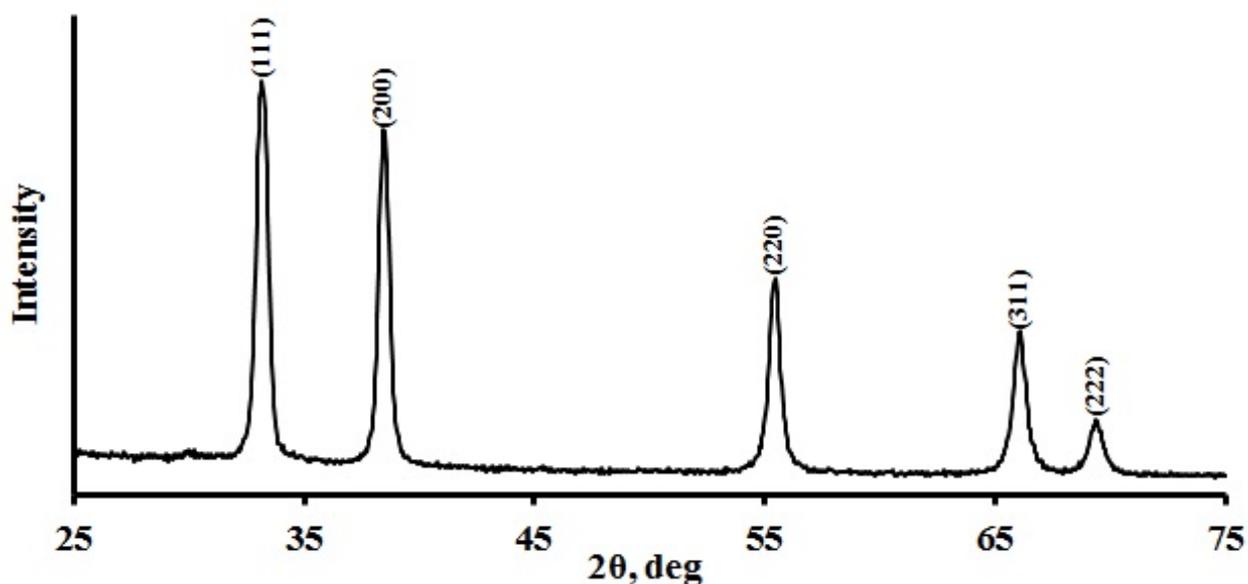


Рисунок 3.10 – Рентгенофазовый анализ мелкодисперсного порошка карбида циркония II-I-ZrC, подвергнутого механической обработке

Мелкодисперсный порошок П-0-ZrC (рисунок 3.11) преимущественно представлен частицами неправильной формы размером от 0,2 до 3,0 мкм (максимальный размер частиц 9,9 мкм) и средним диаметром равным 1,4 мкм. Распределение частиц по размерам (рисунок 3.12) носит унимодальный характер со смещением вправо, модальный диаметр равен 1,2 мкм.

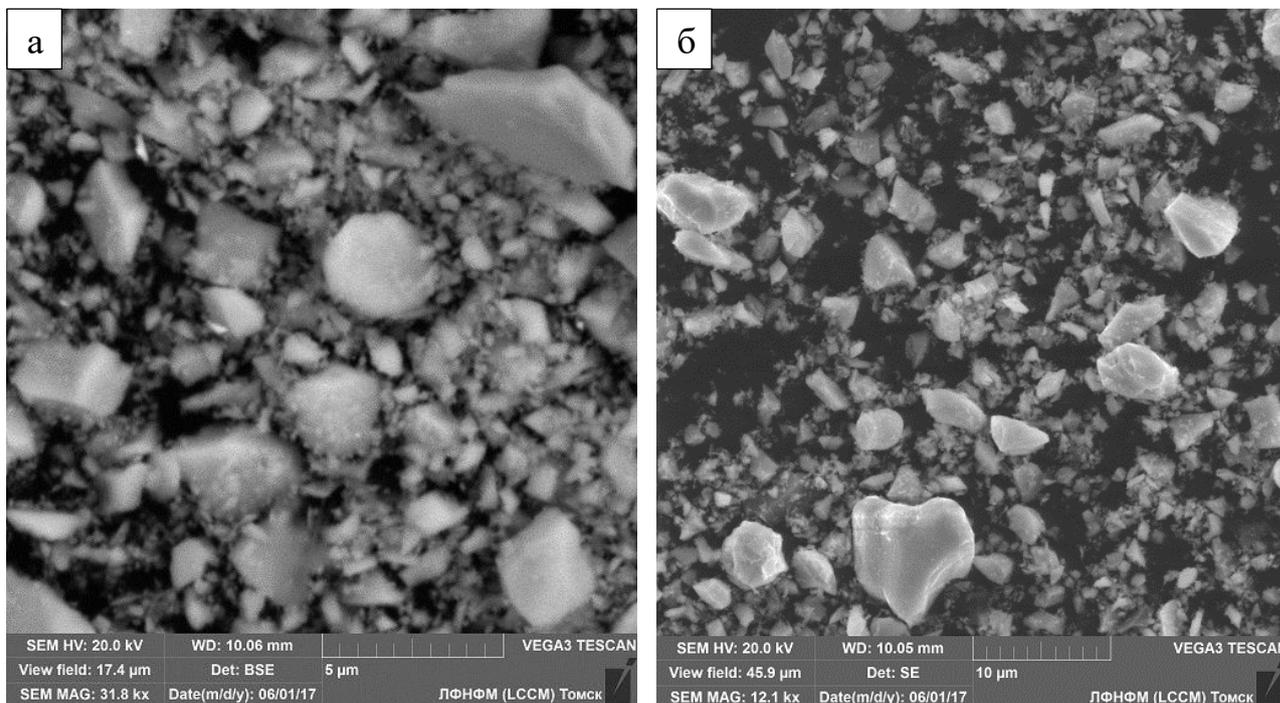


Рисунок 3.11 – Растровые изображения мелкодисперсного порошка карбида циркония П-0-ZrC: а – увеличение 31,8 кх; б – увеличение 12,1 кх

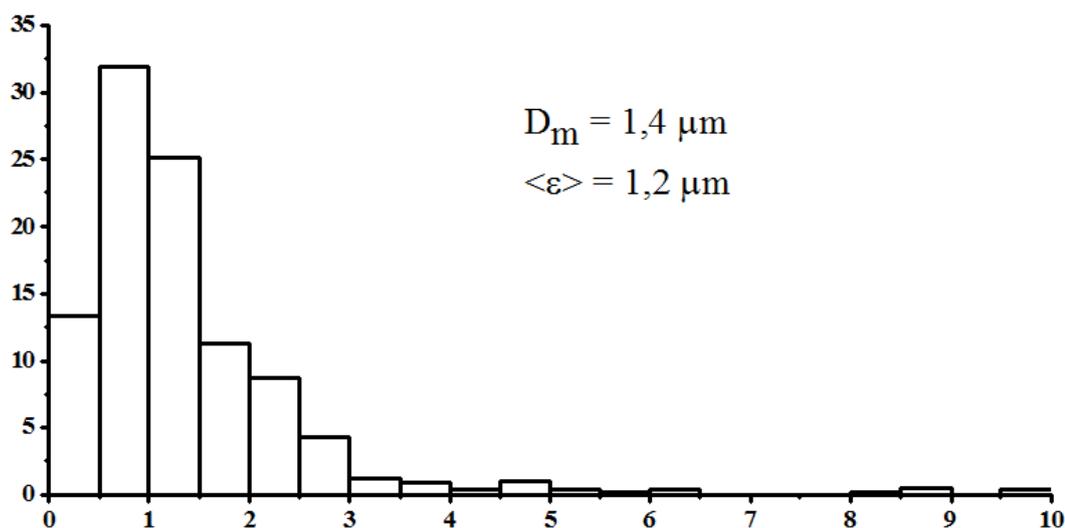


Рисунок 3.12 – Распределение частиц по размерам порошка П-0-ZrC

Мелкодисперсный порошок II-I-ZrC (рисунок 3.13), подвергнутый механической обработке в планетарной мельнице, составляют частицы неправильной формы размером от 0,3 до 2,5 мкм и средним диаметром равным 1,1 мкм. Диаметр агломерированных частиц достигает ~ 10 мкм, модальный диаметр равен 0,8 мкм. Распределение частиц по размерам (рисунок 3.14) носит унимодальный характер со смещением вправо

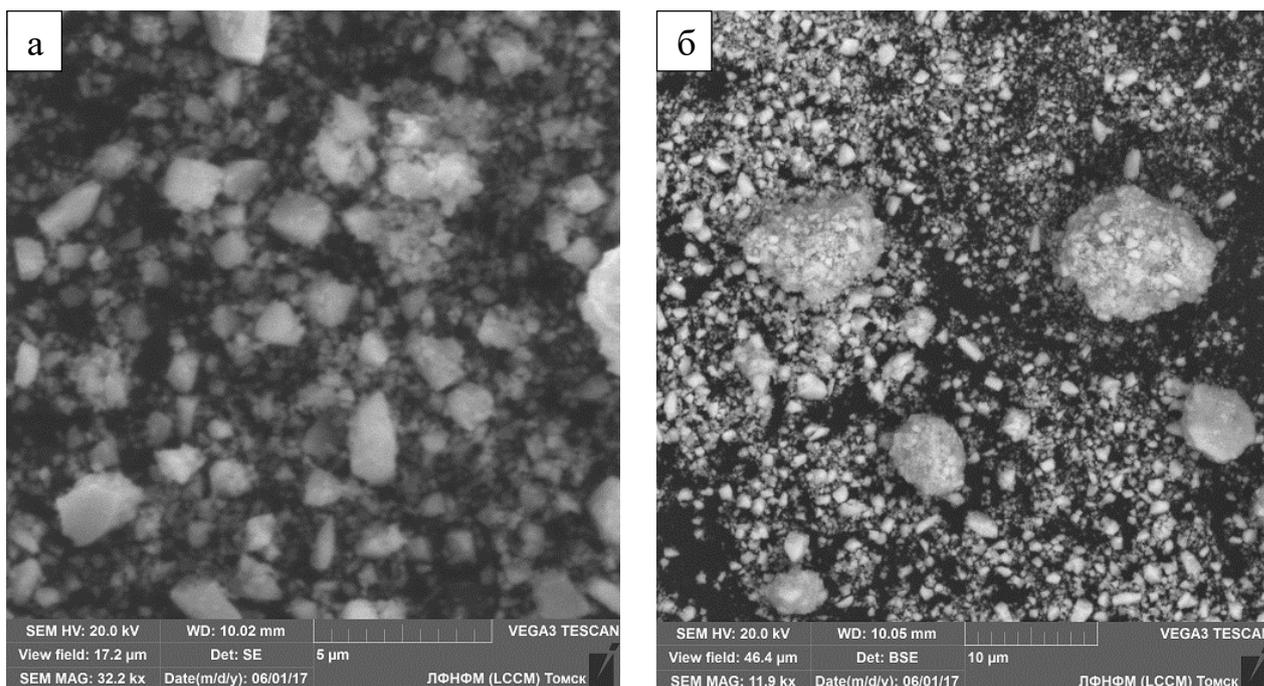


Рисунок 3.13 – Растровые изображения мелкодисперсного порошка карбида циркония II-I-ZrC : а – увеличение 32,2 кх; б – увеличение 11,9 кх

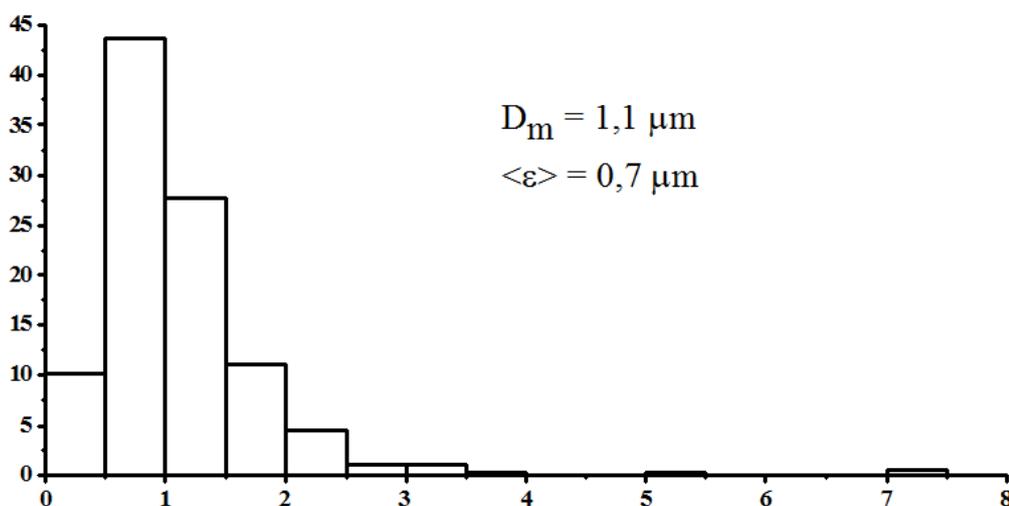


Рисунок 3.14 – Распределение частиц по размерам порошка II-I-ZrC после механической обработки

3.2. Плотность, фазовый состав и структура керамики ZrC/C

Характеристики образцов I-0-ZrC/C полученных из *крупнодисперсного порошка ZrC* методом горячего прессования представлены в таблице 3.2. Измерены геометрические размеры и массы образцов, рассчитаны их плотности. Для сравнительной характеристики полученных композитов получена зависимость относительной плотности материалов от содержания углерода.

Таблица 3.2 – Характеристики образцов керамики I-0-ZrC/C

W(C), %об.	m, г	d, мм	h, мм	V, см ³	$\rho_{обр}$, Г/см ³	ρ_T , Г/см ³	$\rho_{отн}$, Г/см ³
0	4,45	15,31	4,26	0,78	5,67	6,73	0,84
1	4,71	14,65	4,94	0,83	5,66	6,68	0,85
3	4,19	15,01	4,33	0,77	5,47	6,58	0,83
5	4,44	14,38	5,01	0,81	5,46	6,49	0,84
10	4,50	15,23	5,01	0,91	4,93	6,24	0,79
15	4,13	14,55	5,31	0,88	4,68	6,00	0,78

Относительная плотность полученных композиционных материалов снижается с 0,84 до 0,78 при увеличении объемной доли углерода в составе смеси с 0 до 15 %об. (рисунок 3.15), соответственно.

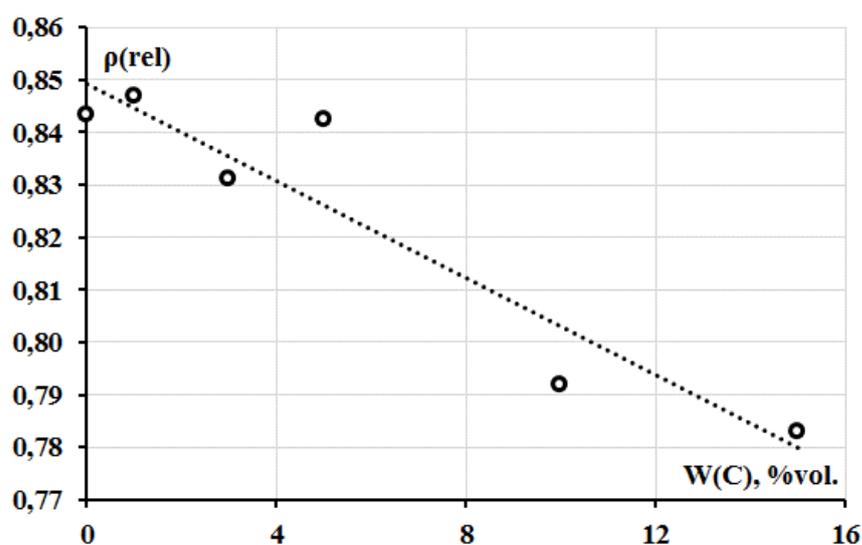


Рисунок 3.15 – Изменение относительной плотности керамики I-0-ZrC/C от содержания углерода

Средствами сканирующей электронной микроскопии подтверждается, что поровое пространство с увеличением содержания углерода возрастает (рисунок 3.16).

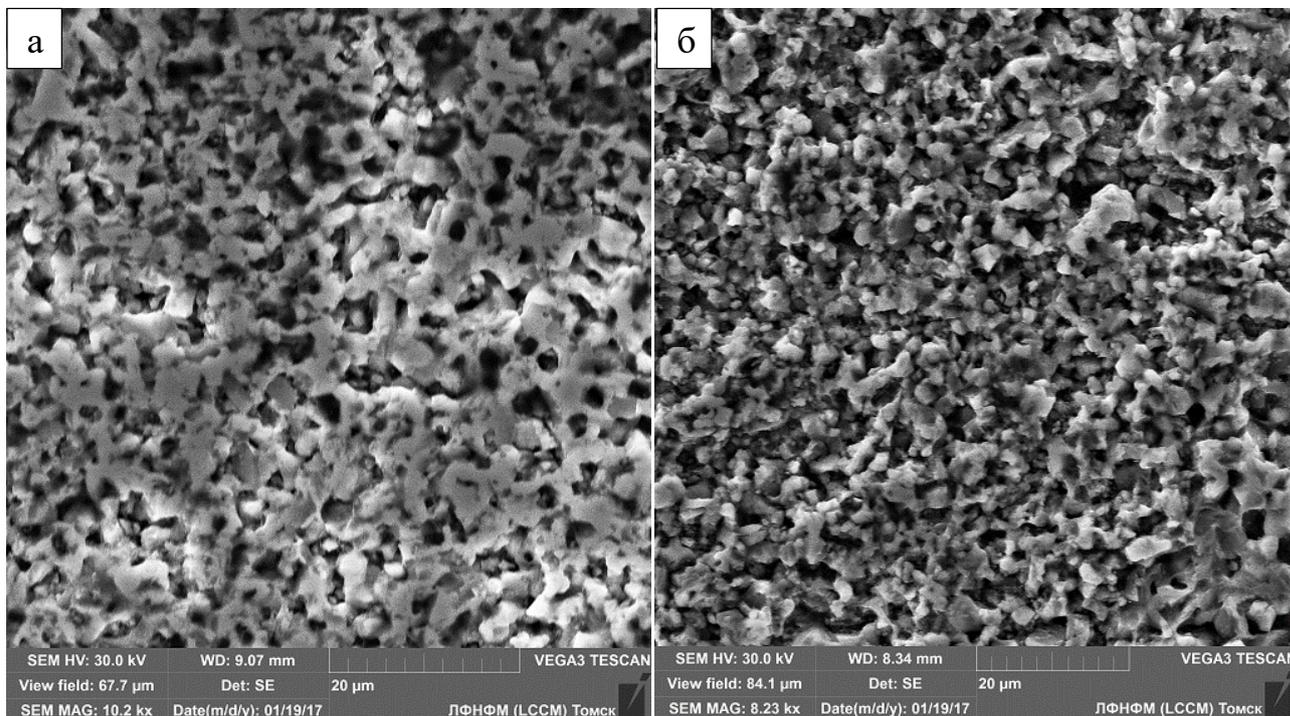


Рисунок 3.16 – Микроснимки поверхности композитов I-0-ZrC/C:
а – содержание углерода 3 об.%; б – содержание углерода 10 об.%

Рентгеноструктурный анализ (рисунок 3.16) образцов I-0-ZrC/C показал присутствие только фазы карбида углерода ZrC.

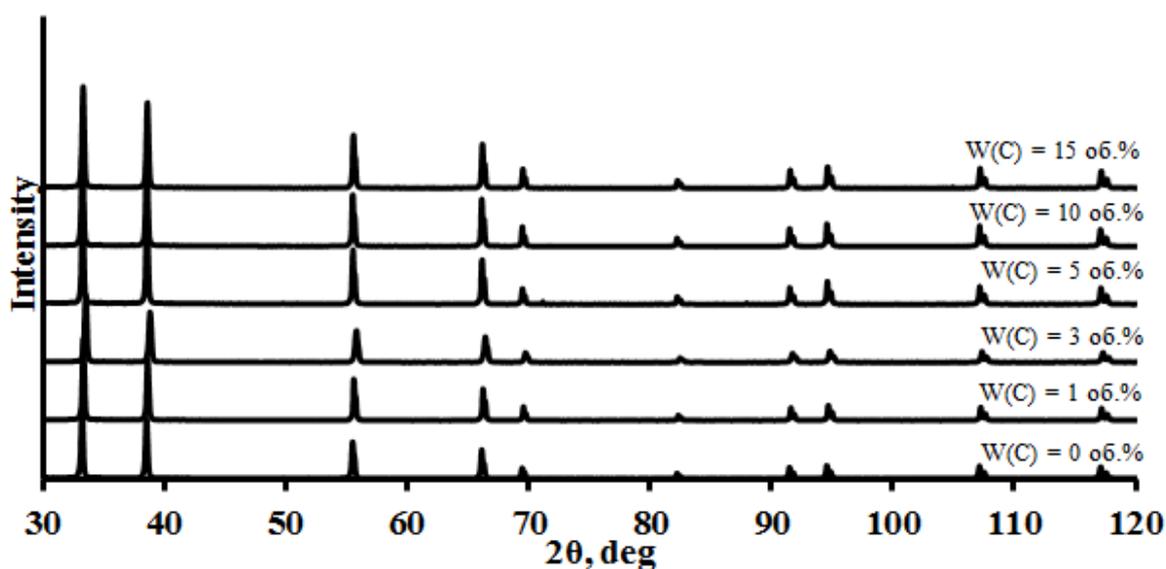


Рисунок 3.17 – Рентгенограммы композиционных керамик I-0-ZrC/C

Выраженные углеродные пики отсутствуют. Данный факт связан с тем, что большая часть углерода находится в аморфном состоянии и на рентгенограмме представлена в виде общего фона.

Величина области когерентного рассеяния (ОКР) возрастает с увеличением объемной доли углерода в составе материала с 62 до 77 нм.

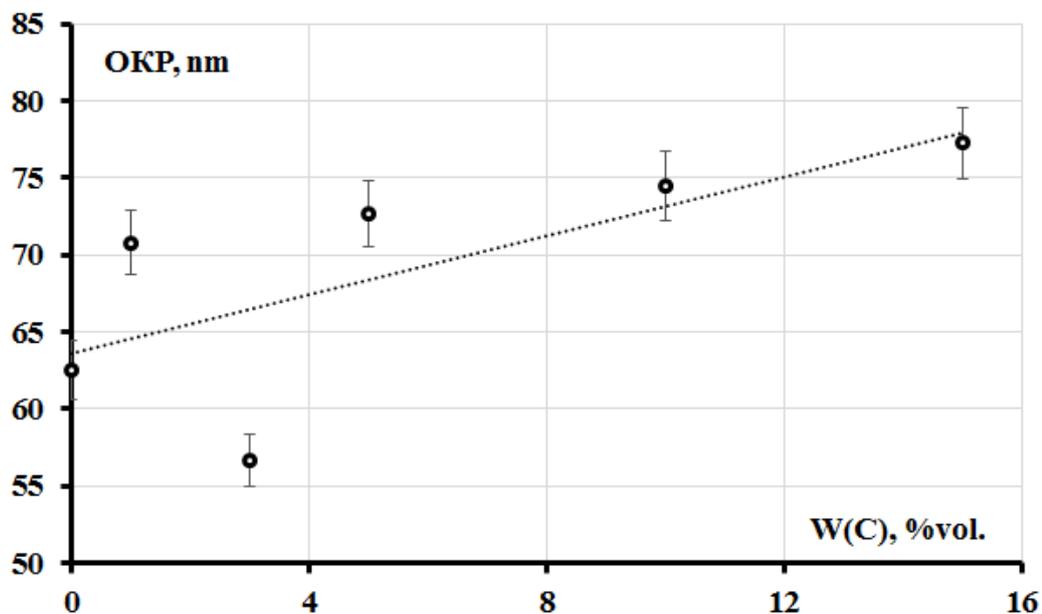


Рисунок 3.18 – Зависимость величины ОКР образцов I-0-ZrC/C от содержания углерода

Величина микродисторсии кристаллической решетки образцов располагается в диапазоне значений $0,47-0,54 \times 10^{-3}$.

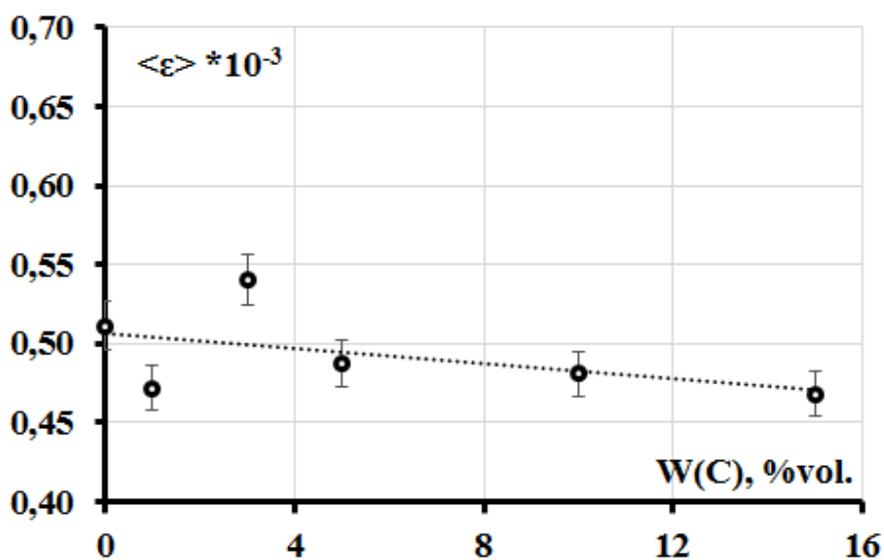


Рисунок 3.19 – Зависимость величины дисторсии кристаллитов I-0-ZrC/C от содержания углерода

Увеличение количества С приводит к уменьшению периода КР с 4,6876 до 4,6760 Å (рисунок 3.19) для образцов, содержащих 0 и 5 об%, соответственно. Параметр решетки образца 10 об% составляет 4,6872 Å; 15 об% - 4,6854 Å.

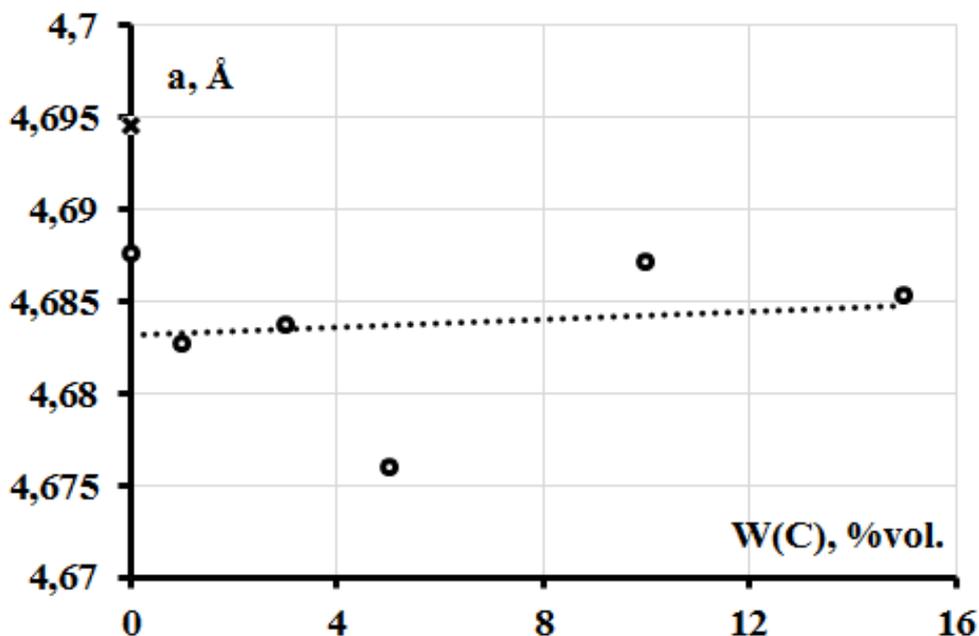


Рисунок 3.20 – Изменение параметров кристаллической решетки I-0-ZrC/C от содержания углерода

Характеристики образцов полученных из порошков I-I-ZrC подвергнутых механической обработке в планетарной мельнице представлены в таблице 3.3. Проведены аналогичные измерительные действия, ниже приведен график зависимости относительной плотности от содержания углерода.

Таблица 3.3 – Характеристики образцов керамики I-I-ZrC/C

W(C), %об.	m, г	d, мм	h, мм	V, см ³	$\rho_{обр}$, Г/см ³	ρ_T , Г/см ³	$\rho_{отн}$, Г/см ³
0	3,36	14,44	3,69	0,60	5,56	6,73	0,83
1	3,84	14,58	4,05	0,68	5,68	6,68	0,85
3	4,35	14,50	4,65	0,77	5,67	6,58	0,86
5	3,39	14,46	3,74	0,61	5,52	6,48	0,85
10	3,66	14,58	4,25	0,71	5,16	6,23	0,83
15	3,56	13,93	4,71	0,72	4,96	5,98	0,83

Относительная плотность образцов I-I-ZrC/C с увеличением содержания углерода не снижается (рисунок 3.20). Для образцов с содержанием углерода 1, 3, 5 об.% относительная плотность колеблется в диапазоне 0,85-0,86; а для образцов с содержанием 0, 10, 15 об.% составляет около 0,83.

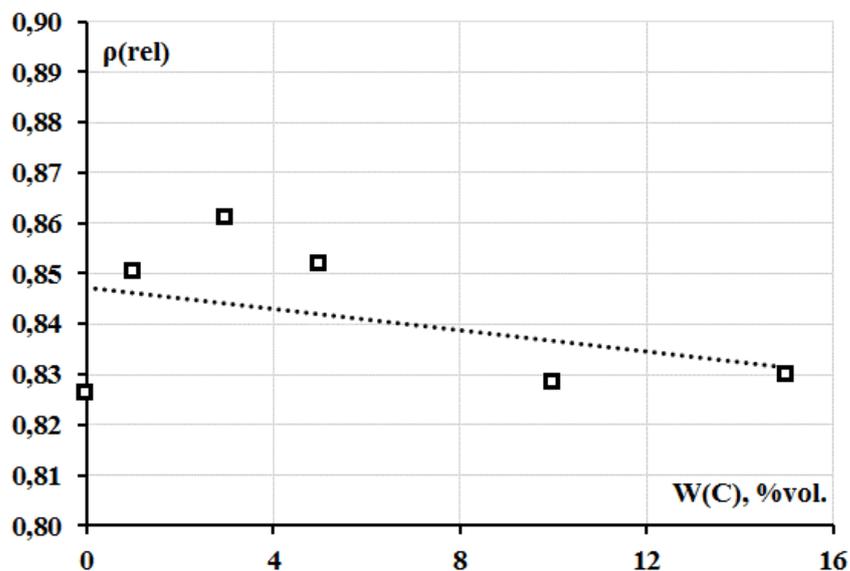


Рисунок 3.21 – Изменение относительной плотности керамики I-I-ZrC/C от содержания углерода.

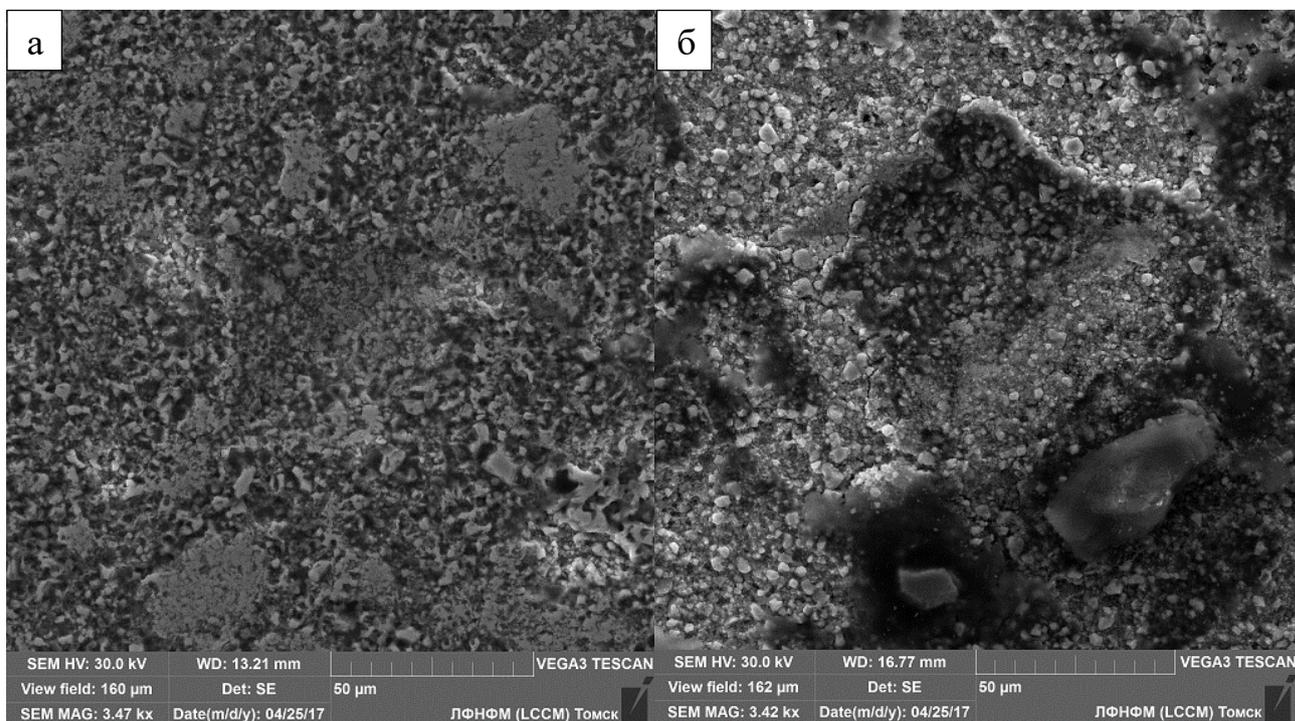


Рисунок 3.22 – Микроснимки поверхности композитов I-I-ZrC/C: а – содержание углерода 5 об.%; б – содержание углерода 10 об.%

Микроснимки (рисунок 3.22) подтверждают зависимость увеличения порового пространства с ростом объем доли углерода в составе композиционного материала I-I-ZrC/C.

Рентгенограммы образцов I-I-ZrC/C, синтезированных из порошков, подвергнутых механической обработке, аналогичны вышеуказанным. Наблюдаются четко выраженные пики карбида циркония (рисунок 3.21). Углеродные пики не выявлены.

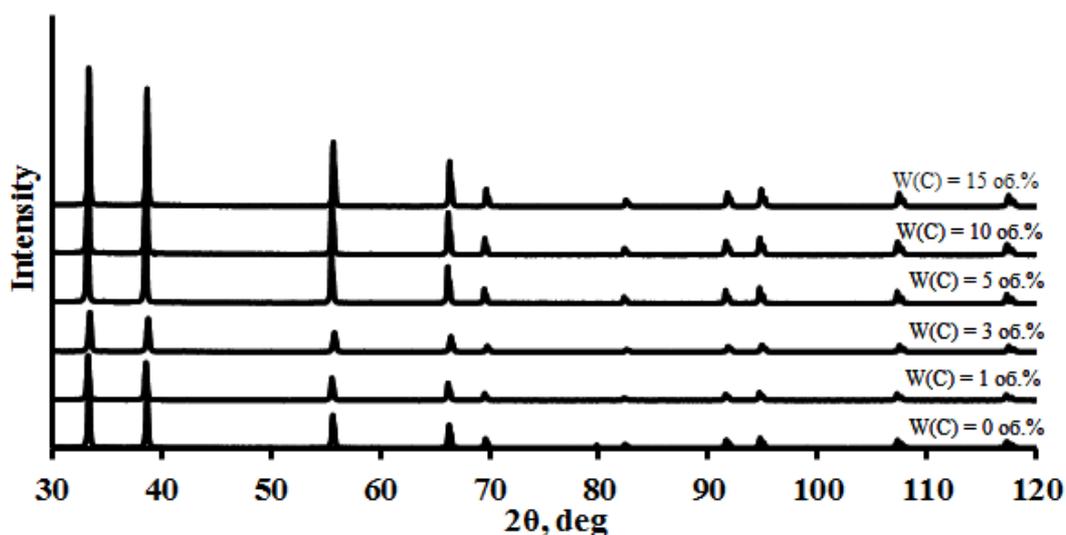


Рисунок 3.23 – Рентгенограммы композиционных керамик I-I-ZrC/C

Характер изменения величины ОКР для образцов I-I-ZrC/C схожи с образцами, порошки которых не подверглись предварительной механической обработке, и возрастают с 52 до 68 нм при увеличении содержания углерода.

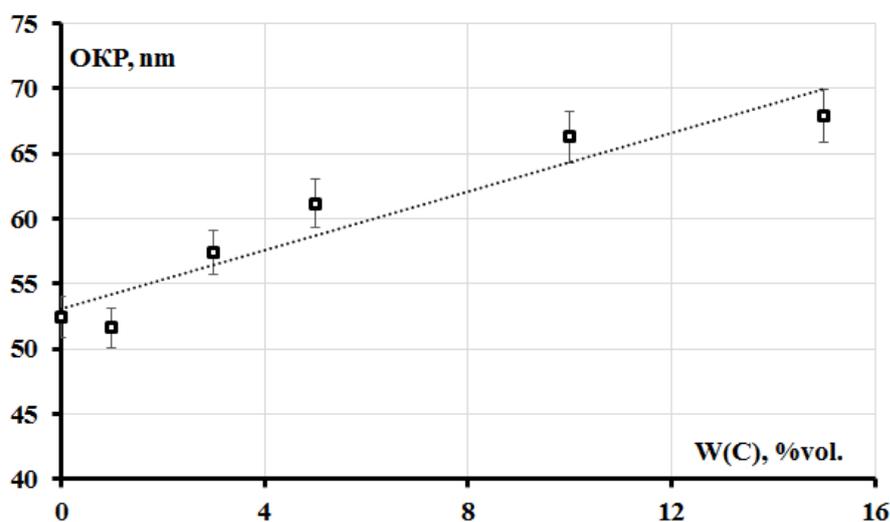


Рисунок 3.24 – Зависимость величины ОКР образцов I-I-ZrC/C от содержания С

Величина дисторсии кристаллической решетки образцов располагается в диапазоне значений $0,59-0,87 \cdot 10^{-3}$.

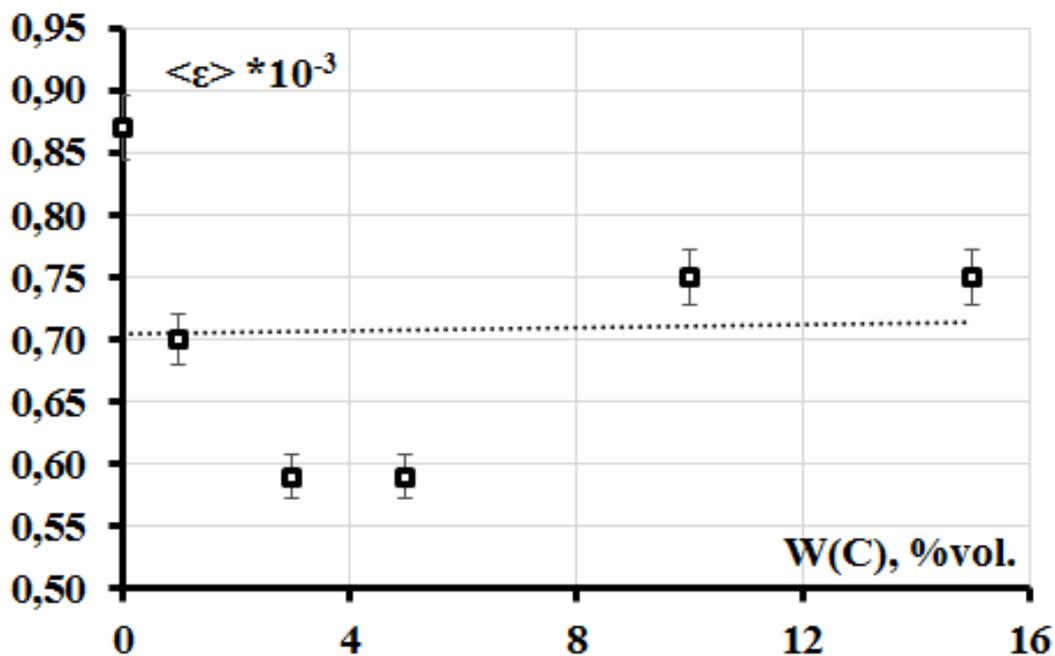


Рисунок 3.25 – Зависимость величины дисторсии кристаллитов I-I-ZrC/C от содержания углерода

Явного изменения периода решеток с увеличением содержания С не выявлено, величина данного параметра для всех образцов ZrC/C-ККЦ-МА находятся в диапазоне $4,6722-4,6833 \text{ \AA}$.

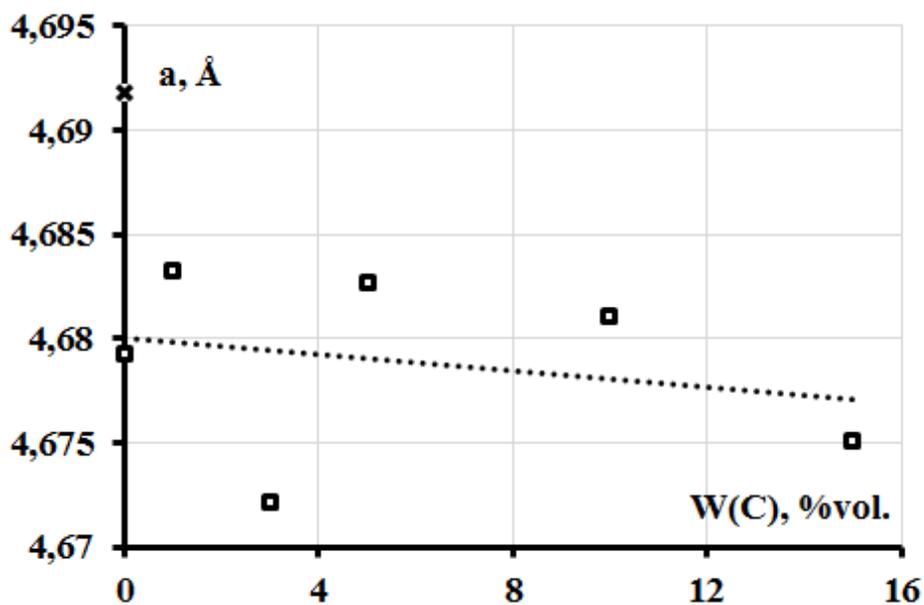


Рисунок 3.26 – Изменение параметров кристаллической решетки I-I-ZrC/C от содержания углерода

Образцы, полученные с использованием мелкодисперсного П-0-ZrC порошка карбида циркония, демонстрируют увеличение плотности полученных композитов. Измерены геометрические размеры и массы образцов, рассчитаны их плотности (таблица 3.4).

Таблица 3.4 – Характеристики образцов керамики П-0-ZrC/C

W(C), %об.	m, г	d, мм	h, мм	V, см ³	$\rho_{обр}$, г/см ³	ρ_T , г/см ³	$\rho_{отн}$, г/см ³
0	3,65	14,46	3,68	0,60	6,04	6,73	0,90
1	4,73	14,72	4,43	0,75	6,27	6,68	0,94
3	4,58	14,69	4,35	0,74	6,21	6,58	0,94
5	4,37	14,76	4,30	0,74	5,94	6,49	0,92
10	4,06	14,66	4,27	0,72	5,63	6,24	0,90
15	4,27	14,58	5,24	0,87	4,88	6,00	0,82

Относительная плотность компактов (рисунок 3.25) П-0-ZrC/C находится в диапазоне 0,90-0,94; исключая образец, содержащий 15 об% С, относительная плотность – 0,82. Увеличение дисперсности порошка способствует снижению количества пустот в получаемых композитах.

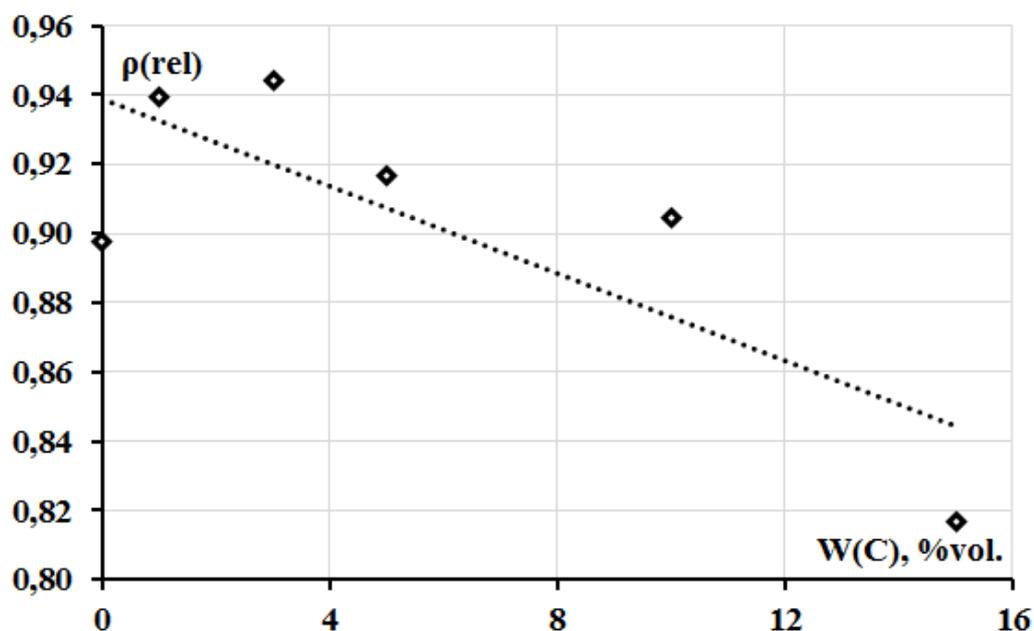


Рисунок 3.27 – Изменение относительной плотности керамики П-0-ZrC/C от содержания углерода.

Снимки поверхности композитов П-0-ZrC/C (рисунок 2.28) свидетельствуют о увеличении относительной плотности по сравнению с образцами, полученными из крупнокристаллических порошков.

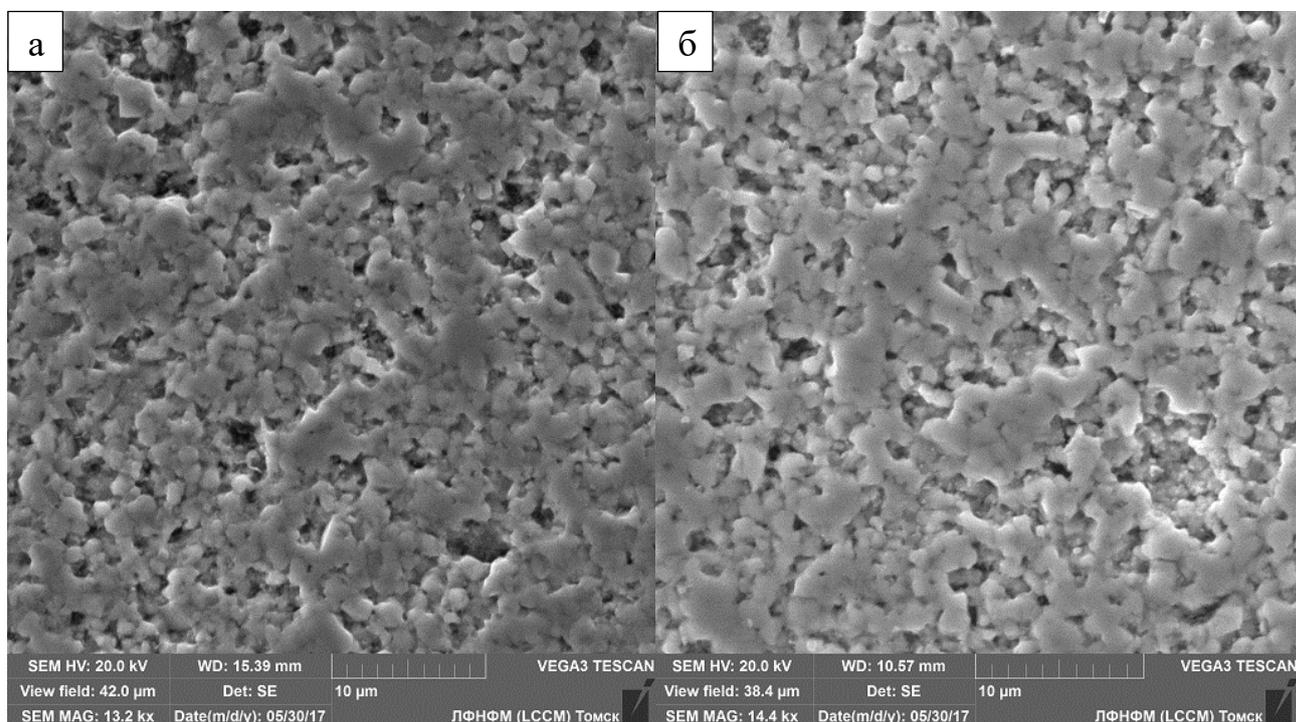


Рисунок 3.28 – Микроснимки поверхности композитов П-0-ZrC/C:
а – содержание углерода 3 об.%; б – содержание углерода 10 об.%

Механическая обработка порошковых смесей П-0-ZrC и С не приводит к существенному изменению относительной плотности образцов. Композиты, содержащие углерод 0-5 об%, обладают относительной плотностью 0,91-0,95. Для образцов, включающих 10 и 15 об%. углерода, относительная плотность равна 0,89 и 0,87, соответственно.

Таблица 3.4 – Характеристики образцов керамики П-I-ZrC/C

W(C), %об.	m, г	d, мм	h, мм	V, см ³	$\rho_{обр}$, Г/см ³	ρ_T , Г/см ³	$\rho_{отн}$, Г/см ³
0	4,62	14,79	4,38	0,75	6,14	6,73	0,91
1	4,69	14,74	4,37	0,75	6,29	6,68	0,94
3	4,60	14,76	4,28	0,73	6,28	6,58	0,95
5	4,62	14,70	4,46	0,76	6,10	6,49	0,94
10	4,45	14,76	4,70	0,80	5,53	6,24	0,89
15	3,35	14,58	3,85	0,64	5,21	6,00	0,87

Наглядно, зависимость относительной плотности образцов П-I-ZrC/C представлена на рисунке 3.13. На микроснимках поверхности композитов П-I-ZrC/C (рисунок 3.30) заметно, что с увеличением содержания углерода плотность консолидации порошковых частиц значительно снижается.

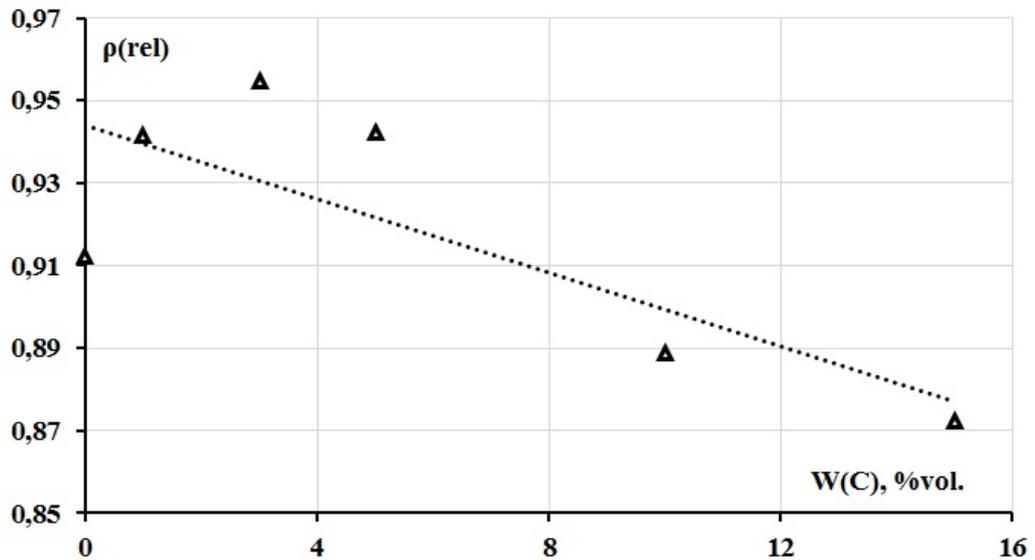


Рисунок 3.29 – Изменение относительной плотности П-I-ZrC/C от содержания С

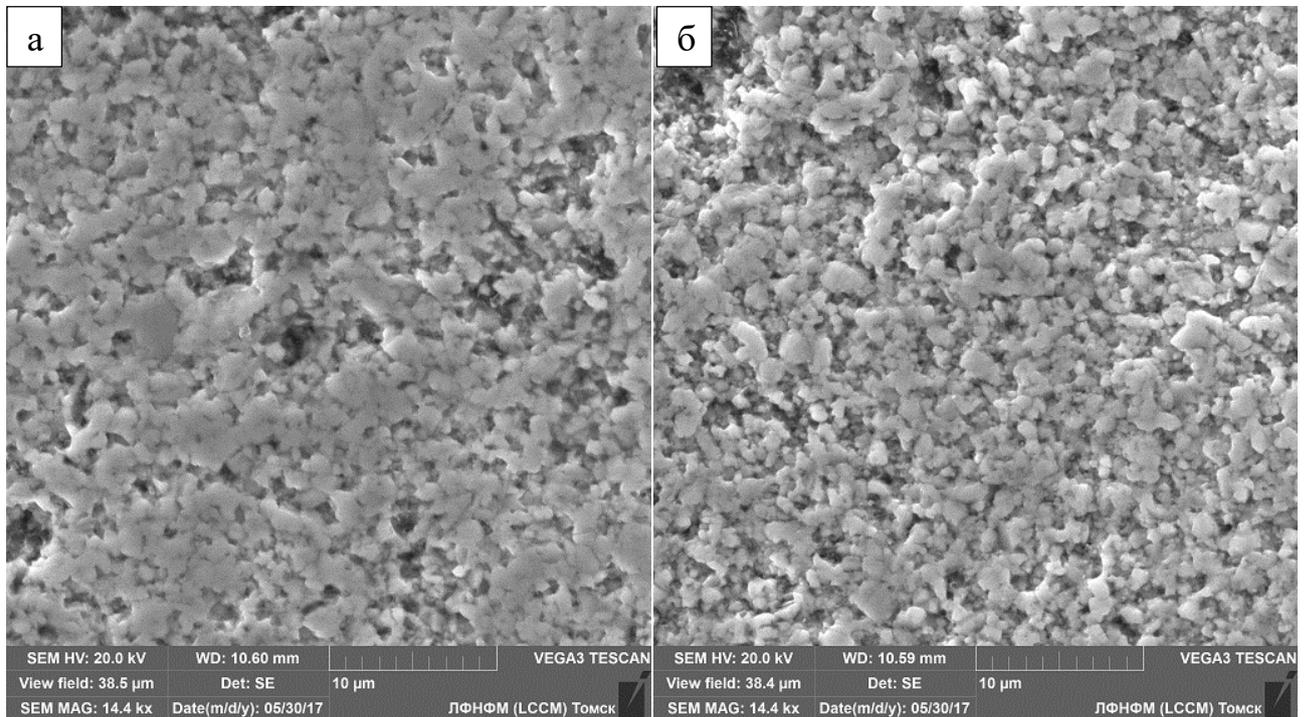


Рисунок 3.30 – Микроснимки поверхности композитов П-I-ZrC/C:
а – содержание углерода 3 об.%; б – содержание углерода 10 об.%

3.3. Механические свойства композиционных керамик ZrC/C

Исследования механических характеристик композитов показали I-0-ZrC/C, что увеличение объемной доли C в составе композита приводит к линейному снижению твердости с 10,9 до 4,5 ГПа (рисунок 3.27).

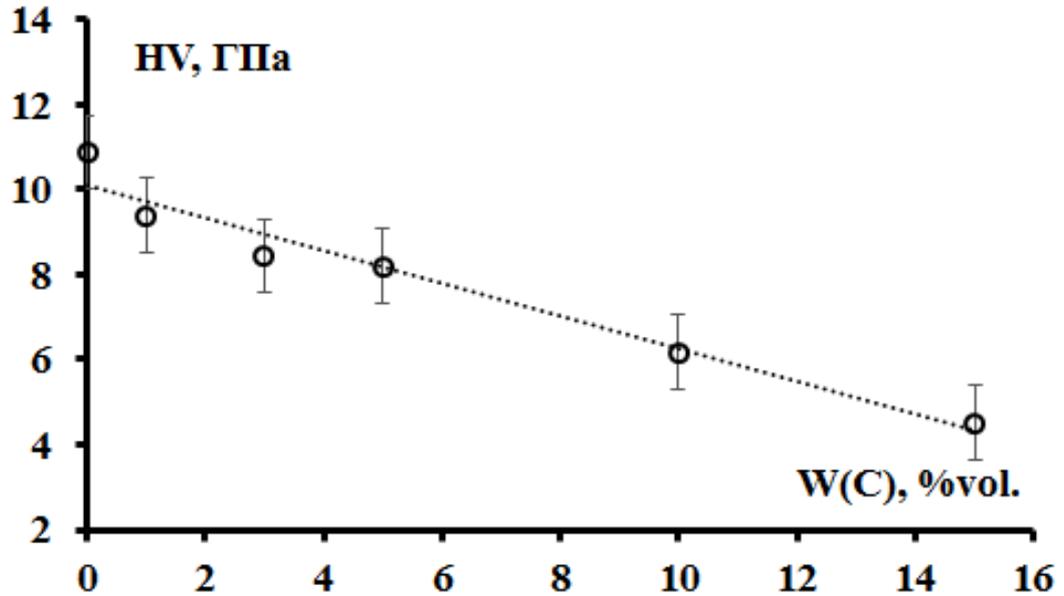


Рисунок 3.27 – Влияние содержания C на твердость керамики I-0-ZrC/C

Прочность композитов I-0-ZrC/C при диаметральной сжатии образцов снижается с 233, при объемной доле углерода 1 об%, до 56 МПа, для 15 об%.

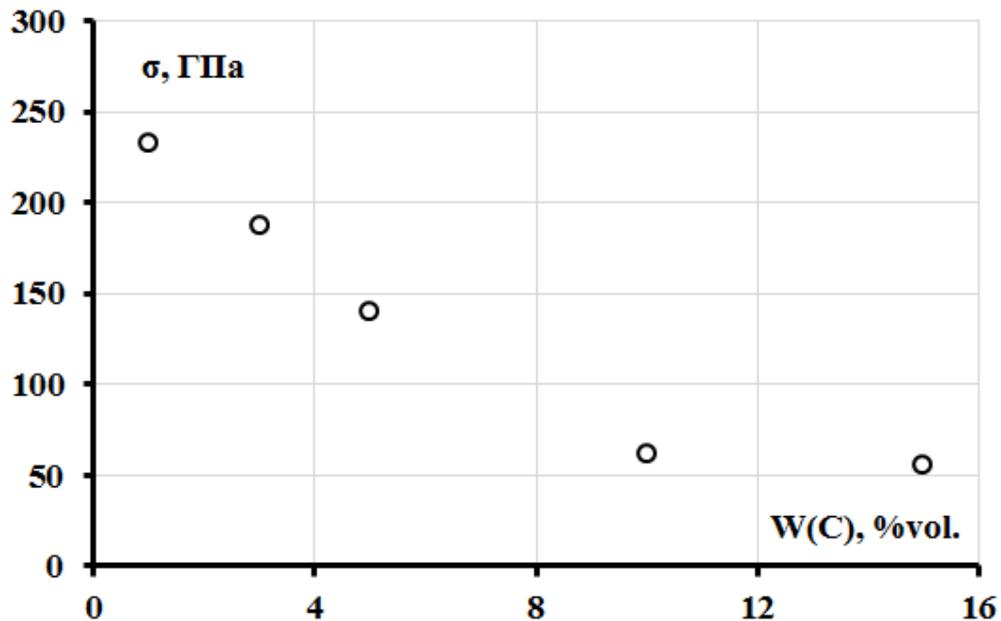


Рисунок 3.28 – Влияние содержания C на прочность сжатия керамики I-0-ZrC/C

Исследования механических характеристик показали, что увеличение объемной доли С в составе композита I-I-ZrC/C приводит к увеличению твердости с 7,7 до 9,5 ГПа в промежутке 0-3 об% С и дальнейшему снижению до 2,8 ГПа при содержании С 15 об% (рисунок 3.29).

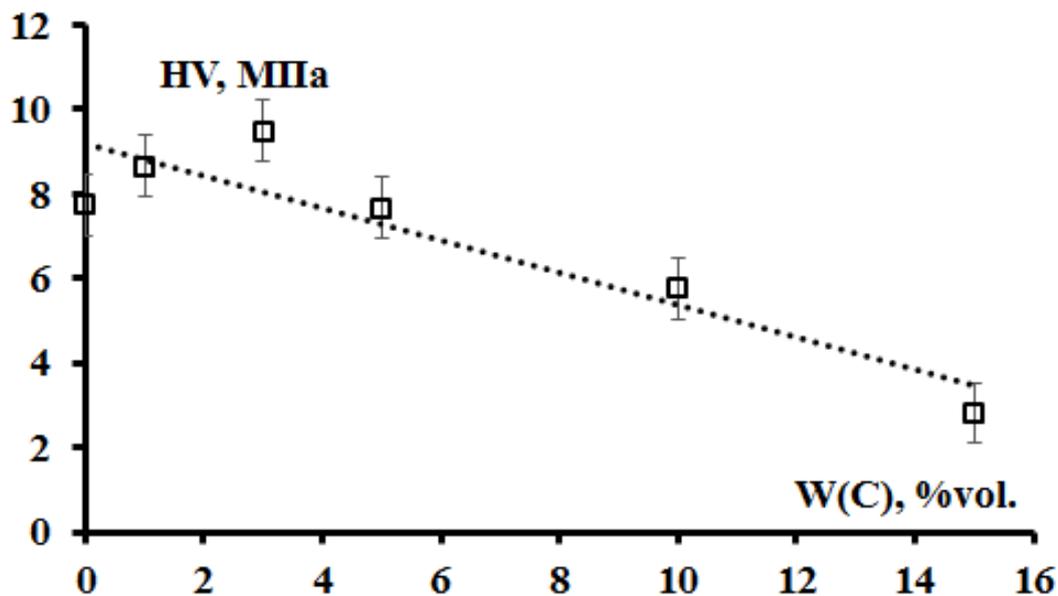


Рисунок 3.29 – Влияние содержания С на твердость керамики I-I-ZrC/C

Прочность композитов I-I-ZrC/C при диаметральной сжатии образцов снижается с 305, при объемной доле углерода 1 об%, до 6 МПа, для 15 об%.

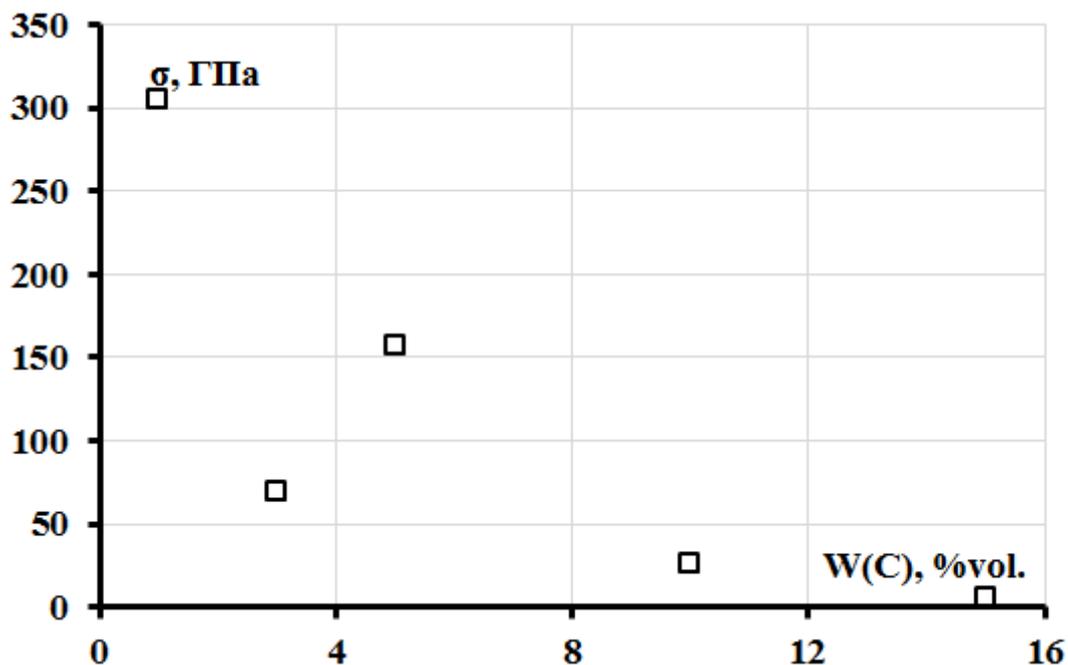


Рисунок 3.30 – Влияние содержания С на прочность сжатия керамики I-I-ZrC/C

Твердость композитов, полученных из мелкодисперсного порошка П-0-ZrC, изменяется в диапазоне 11,78-12,97 ГПа для образцов 0-5 об% С, затем снижается до 9,88 и 4,20 ГПа при содержании С 10 и 15 об%, соответственно (рисунок 3.31).

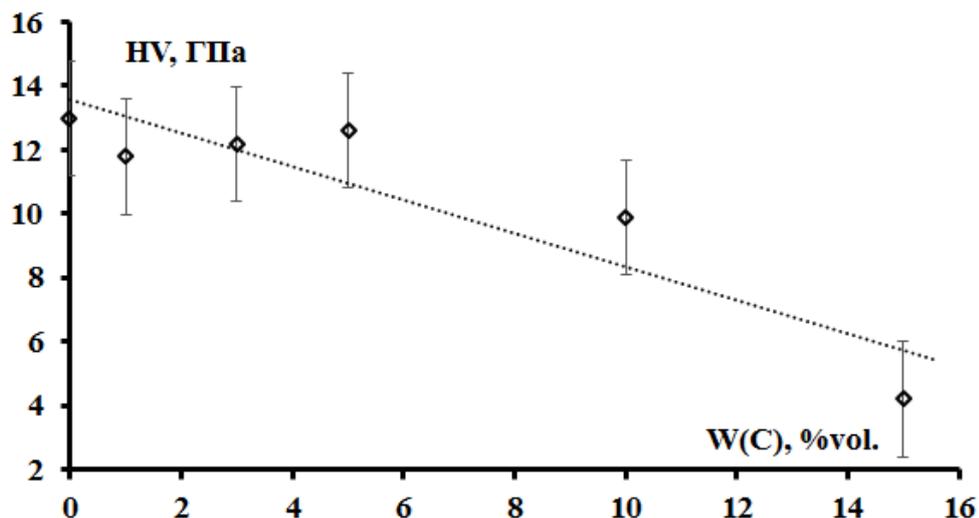


Рисунок 3.31 – Влияние содержания С на твердость керамики П-0-ZrC/C

Механическая обработка мелкодисперсных порошков позволяет получить керамику П-I-ZrC/C твердостью в интервале 10,43-13,47 ГПа при содержании углеродной добавки 0-5 об%, и величиной 8,57 ГПа при 10 об% С и 3,70 ГПа при 15 об% (рисунок 3.33)

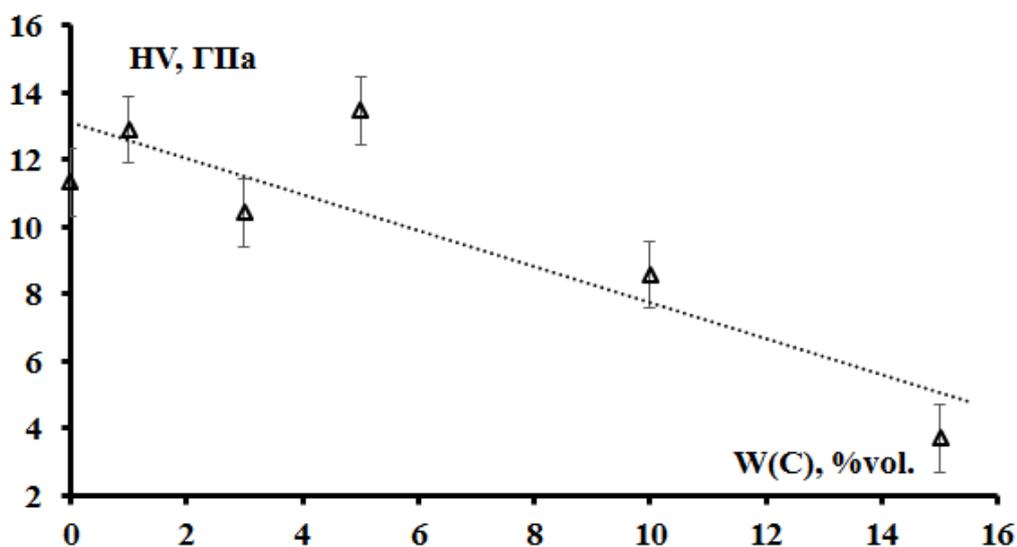


Рисунок 3.33 – Влияние содержания С на твердость керамики П-I-ZrC/C

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

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ5Б	Рыгину Александру Викторовичу

Институт	ИФВТ	Кафедра	НМНТ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

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

<i>1. Стоимость затрат научного исследования (НИ): на зарплату, страховые отчисления, прочие и накладные расходы</i>	Заработная плата начисляется согласно трудовому договору заключенному между работником и организацией работодателем с учетом районных коэффициентов и условий труда. Страховые отчисления определяются согласно Федеральному закону от 24.07.2009 №212-ФЗ.
<i>2. Продолжительность выполнения НИ</i>	По предварительной оценке работа составила 150 дней.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Оценка потенциала и перспективности реализации НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	SWOT-анализ и определение интегрального показателя ресурсоэффективности позволяют оценить перспективность реализации проекта.
<i>2. Планирование и формирование графика работ по реализации НИ</i>	Оценка трудоемкости работ по исполнению НИ позволяет рационально определить временные рамки каждого этапа проекта.
<i>3. Формирование сметы</i>	В финансовой смете указываются все затраты на проведение научно-исследовательского эксперимента.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент кафедры МЕН ИСГТ НИ ТПУ	Черепанова Н.В.	к.ф.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5Б	Рыгин Александр Викторович		

4. Раздел «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Введение

Ценность научно-исследовательской деятельности, в современном мире, определяется не только лишь масштабом данного открытия, но и коммерческой значимостью разработки. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов.

Привлекательность научного исследования определяется с одной стороны превышением технических параметров над уже разработанными технологическими решениями и с другой стороны экономической выгодой проекта: востребованностью, ценой продукта, сроком выхода на рынок и др.

Цель раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»: проектирование и создание конкурентоспособных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Задачи:

- ✓ оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований;
- ✓ планирование научно-исследовательских работ;
- ✓ определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования [139].

4.1. SWOT-анализ СВ-синтеза в получении Si₃N₄-SiC

В данной работе SWOT-анализ позволит оценить сильные и слабые стороны проекта, а также его возможности и угрозы. Сначала, составляется матрица SWOT, в которую записываются слабые и сильные стороны проекта, а также возможности и угрозы. Матрица SWOT приведена в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Матрица SWOT

	<p>Сильные стороны проекта:</p> <p>С1. Технология не требует высокой квалификации персонала.</p> <p>С2. Простота в использовании и обслуживании оборудования.</p> <p>С3. Незначительные затраты на электроэнергию.</p> <p>С4. Отечественные поставщики сырья.</p> <p>С5. Существует промышленная реализация данной технологии</p>	<p>Слабые стороны проекта:</p> <p>Сл1. Применение средств коллективной и индивидуальной защиты при работе с мелкодисперсными порошками</p> <p>Сл2. Проблемы с реализацией технологии за границей</p> <p>Сл3. Удорожания продукта в процессе последующей обработки.</p> <p>Сл4. Качество продукта зависит от исходного сырья.</p>
<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование инфраструктуры ИФПМ</p> <p>В2. Использование промышленных мощностей.</p> <p>В3. Возникновение спроса на новый продукт.</p>	<p>V1C1C2C3C4</p> <p>V2C1C2C3C4C5</p> <p>V3C3C4C5</p>	<p>V2Сл2Сл3</p> <p>V3Сл1</p>
<p>Угрозы:</p> <p>У1. Возможный рост стоимости сырья</p> <p>У2. Ограничения на экспорт технологии.</p> <p>У3. Отсутствие финансового обеспечения со стороны государства</p>	<p>U1C4</p> <p>U3C1C2</p>	<p>U1Сл3Сл4</p> <p>U2Сл2</p> <p>U3Сл1Сл3</p>

Затем на основании матрицы SWOT строятся интерактивные матрицы возможностей и угроз, позволяющие оценить эффективность проекта, а также надежность его реализации.

При построении интерактивных матриц используются следующие обозначения: С – сильные стороны проекта; Сл – слабые стороны проекта; В – возможности; У – угрозы; «+» – сильное соответствие; «-» – слабое соответствие [139].

Таблица 4.2 – Интерактивная матрица возможностей

Возможности (В)	Сильные стороны проекта (С)					
		С1	С2	С3	С4	С5
	В1	+	+	+	+	-
	В2	+	+	+	+	+
	В3	-	-	+	+	+
	Слабые стороны проекта (Сл)					
		Сл1	Сл 2	Сл 3	Сл 4	
	В1	-	-	-	-	
	В2	-	+	+	-	
	В3	+	-	-	-	

Таблица 4.3 – Интерактивная матрица угроз

Угрозы (У)	Сильные стороны проекта (С)					
		С1	С2	С3	С4	С5
	У1	-	-	-	+	-
	У2	-	-	-	-	-
	У3	+	+	-	-	-
	Слабые стороны проекта (Сл)					
		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	
	У1	-	-	+	+	
	У2	-	+	-	-	
	У3	+	-	+	-	

Анализ интерактивных матриц, приведенных в таблицах 4.2 и 4.3, показывает, что сильных сторон проект имеет больше, чем слабых. Кроме того, угрозы имеют низкие вероятности, что говорит о высокой надежности проекта. Используемые технологии не предполагают их реализации за рубежом, т.к. относятся к информации закрытого доступа. Главной угрозой является возможность удорожания стоимости сырья, на что также накладывается влияние качества сырья на готовый продукт. Таким образом, необходим постоянный контроль качества исходных компонентов, а также поиск новых поставщиков сырья. Немаловажным в настоящий момент является заинтересованность государства в развитии технологий, напрямую связанных с оборонно-промышленным комплексом страны.

4.2 Разработка графика проведения научно-исследовательского проекта

Важным этапом данного проекта является составление графика проведения научного исследования, который предназначен для распределения обязанностей по выполнению работ и определения временных рамок производимой работы.

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, так как зависит от множества трудно учитываемых факторов. Методика оценки приведена в [139].

Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ож}$ используется следующая формула:

$$t_{ож} = \frac{3t_{min} + 2t_{max}}{5}, \quad (4.1)$$

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

t_{min} – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.;

t_{max} – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями.

$$T_{p_i} = \frac{t_{ож}}{Ч_i}, \quad (4.2)$$

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

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

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого используется следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}, \quad (4.3)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;
 $k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 118} \approx 1,5, \quad (4.4)$$

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

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

Результаты расчетов представлены в таблице 4.4:

Таблица 4.4 – Временные показатели проведения научного исследования

№ п/п	Название этапа работы	Трудоемкость работ			Исп-ли	Длительность работ в рабочих днях, T_{pi}	Длительность работ в календарных днях, T_{ki}
		t_{min} , чел.-дни	t_{max} , чел.-дни	$t_{\text{ож}}$, чел.-дни			
1	Составление ТЗ	2	5	3,2	1	3,2	4,8
2	Изучение литературы	15	30	21	1	21	31,5
3	Составление схемы проекта	2	5	3,2	1	3,2	4,8
4	Проведение эксперимента	15	30	21	1	21	31,5
5	Анализ результатов эксперимента	2	5	3,2	1	3,2	4,8
6	Проведение дополнительных исследований	15	30	21	1	21	31,5
7	Анализ результатов исследований	2	5	3,2	1	3,2	4,8
8	Подготовка ВКР	15	30	21	1	21	31,5
9	Проверка ВКР	1	3	1,8	1	1,8	2,7
10	Сдача ВКР	1	2	1,4	1	1,4	2,1
Итого							150

По результатам расчетов строится диаграмма Ганта, приведенная в таблице 4.5:

Таблица 4.5 – Диаграмма Ганта

№ п/п	Этап работы	Исполнители	ТК _к , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ															
				Янв		Фев			Март			Апр			Май			Июнь	
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
1	Составление ТЗ	Руководитель	5	■															
2	Изучение литературы	Дипломник	30	■	■	■													
3	Составление схемы проекта	Руководитель	5			■													
4	Проведение эксперимента	Дипломник	30			■	■	■											
5	Анализ результатов эксперимента	Дипломник	5						■										
6	Проведение дополнительных исследований	Дипломник	30							■	■	■							
7	Анализ результатов исследований	Дипломник	5										■						
8	Подготовка ВКР	Дипломник	30											■	■	■			
9	Проверка ВКР	Руководитель	3													■			
10	Сдача ВКР	Дипломник	2													■			

На основе анализа составленной диаграммы Ганта можно сделать вывод, что продолжительность работ составляет 15 декад, начиная со второй декады января и заканчивая первой декадой июня. Также следует учитывать вероятностный характер оценки трудоемкости, что значит возможность как сокращения, так и увеличения продолжительности работ.

Далее по диаграмме Ганта можно рассчитать время работы для каждого исполнителя. Занятость исполнителей представлена в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Показатели рабочего времени исполнителей проекта

Показатели рабочего времени	Руководитель	Дипломник
Календарное число дней работы	20	130
Количество нерабочих дней за период выполнения проекта	6	45
Продолжительность выполнения проекта, в рабочих днях	14	85

Календарная продолжительность выполнения научного исследования составит 150 дней. Из них:

130 дней – занятость дипломника;

20 дня – занятость руководителя;

Продолжительность выполнения проекта в рабочих днях составит 103 дня. Из них:

85 дня – продолжительность выполнения работ дипломником;

14 дней – продолжительность выполнения работ руководителем.

4.3. Составление сметы научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением [139]. В процессе формирования бюджета НИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НИ;
- затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ;
- полная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- затраты научные и производственные командировки;
- контрагентные расходы;

- накладные расходы.

Материальные затраты и затраты на специальное оборудование в данном проекте не рассчитываются, поскольку все необходимое для научно-исследовательской работы уже есть.

В настоящую статью включается основная и дополнительная заработная плата всех исполнителей, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов и тарифных ставок [139].

Расчет полной заработной платы осуществляется следующим образом:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.5)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата;

$Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата (12-15 % от $Z_{осн}$).

Основная заработная плата ($Z_{осн}$) исполнителя рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (4.6)$$

где T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб. дн. (таблица 4.6);

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_{тс} + Z_{доп} + Z_{рк}}{F_d}, \quad (4.7)$$

где F_d – количество рабочих дней в месяце (26 при 6-дневной рабочей неделе, 22 при 5-дневной рабочей неделе), раб. дн.;

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

$Z_{рк}$ – районная доплата, руб.

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Расчёт основной заработной платы

Исполнители	З _{тс} , руб.	З _{допл} , руб.	З _{рк} , руб.	З _м , руб.	З _{дн} , руб.	Т _р , раб. дн.	З _{осн} , руб.
Руководитель	15000	2500	4500	22000	1000	14	14000
Дипломник	8000	3600	2400	14000	636	85	54060
Итого З _{осн} , руб.							68060

Расчет дополнительной заработной платы, размер которой составляет 12 – 15% от основной, представлен в таблице 4.8

Таблица 4.8 – Расчет дополнительной и полной заработной платы

Исполнители	$k_{\text{доп}}$	З _{осн} , руб.	З _{доп} , руб.	З _{зп} , руб.
Руководитель	0,15	14000	2100	16100
Дипломник	0,12	54060	6487	60547
Итого З _{осн} , руб.		68060	8587	76647

В данной статье расходов отражаются обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \quad (4.8)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды.

На 2014 г. в соответствии с Федеральным законом от 24.07.2009 №212-ФЗ установлен размер страховых взносов равный 27,1%.

Отчисления во внебюджетные фонды составят:

$$Z_{\text{внеб}} = 0,271 \cdot (68060 + 8587) = 20772 \text{ руб}$$

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы (темы) является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при

формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции.

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 4.9:

Таблица 4.9 – Смета научного исследования

Наименование статьи	Сумма, тыс. руб.	Доля, %
1. Материальные затраты НИ	-	-
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	-	-
3. Затраты по полной заработной плате исполнителей темы	76,6	78,5
4. Отчисления во внебюджетные фонды	21,0	21,5
5. Бюджет затрат НИ	97,6	100,000

Исходя из данных таблицы, можно сделать вывод, что общие затраты на реализацию научно-исследовательского проекта составят 97,6 тысяч рублей, из которых три четверти (78,5%) составляют затраты на заработную плату, четверть – отчисления во внебюджетные фонды.

Определение ресурсоэффективности [139] проекта можно оценить с помощью интегрального критерия ресурсоэффективности:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i , \quad (4.9)$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности;

a_i – весовой коэффициент разработки;

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

В таблице 4.10 приведен расчет интегрального показателя ресурсоэффективности.

Таблица 4.10 – Сравнительная оценка характеристик проекта

Критерии	Весовой коэффициент	Бальная оценка разработки
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,10	4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,15	5
3. Помехоустойчивость	0,15	4
4. Энергосбережение	0,20	5
5. Надежность	0,25	5
6. Материалоемкость	0,15	4
Итого:	1,00	

Интегральный показатель ресурсоэффективности:

$$I_{pi} = 4 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,15 = 4,6$$

Показатель Й. Стоит отметить, что высокие баллы 1, 2, 3 и 5 критериев позволяют судить о том, что метод надежный и соответствует требованиям потребителей, поскольку позволяет повысить производительность труда.

4.4. Выводы по разделу финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В результате выполнения поставленных задач по данному разделу, можно сделать следующие выводы:

- в ходе проведения SWOT-анализа выявили сильные и слабые стороны проекта, провели оценку надежности и возможностей проекта. Также установили, что научно-исследовательский проект обладает рядом положительных сторон, таких как высокая экономичность, высокая производительность, а также надежность.

- разработали график занятости для всех исполнителей, составили ленточную диаграмму Ганта, позволяющую провести оценку и лучшим образом спланировать рабочее время исполнителей.

- составление сметы научного исследования позволило оценить первоначальный бюджет затрат на реализацию научно-исследовательского проекта, а также дать рекомендации по оптимизации этих затрат.

- проведенная по интегральному показателю оценка ресурсоэффективности проекта показала высокий результат (4,65 по 5-бальной шкале), что говорит об эффективности реализации научно-исследовательского проекта.

Таким образом, с учетом всего вышеуказанного можно сделать вывод, что реализация данного научно-исследовательского проекта позволит повысить социальную и ресурсосберегающую эффективность производства.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ5Б	Рыгину Александру Викторовичу

Институт	ИФВТ	Кафедра	НМНТ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p>1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</p> <ul style="list-style-type: none"> – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) – чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера) 	<ul style="list-style-type: none"> – Вредные проявления: возникновение пылевых взвесей вредных веществ в воздухе рабочей зоны при работе с порошковыми материалами; электромагнитное воздействие при работе на установке ГП; недостаточная освещенность рабочего места; нарушение норм микроклимата; воздействия шумов. – Опасные проявления: взрывобезопасность баллонов со сжатым газом, горючих аэрозолей порошковых материалов; пожаробезопасность порошковых материалов, и в результате короткого замыкания установки ГП или ПЭВМ; электробезопасность установки ГП и ПЭВМ. – Превышение ПДК различных материалов в воде, почве, атмосфере. – Выброс АХОВ в результате взрывов и пожаров в лаборатории ФНФМ
<p>2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме</p>	<p>СанПиН 2.2.4.548–96; ГН 2.2.5.1313–03; ГОСТ 12.4.016-83; ГОСТ 12.4.041; СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03; СНиП 23–05–95; ГОСТ 12.1.003–83 ССБТ; СанПиН 2.2.4.1191–03; ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ; ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ; ГН 2.1.6.1338-03; ГОСТ 17.1.3.06–82; ГОСТ 17.1.3.13–86; ГН 2.1.5.2280-07; ГН 2.1.7.2041-06; ГОСТ Р 12.4.026-2001</p>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства) 	<p>Снижение воздействия вредных веществ в воздухе рабочей зоны требует применения СИЗ: респиратор, халат хлопчатобумажный, перчатки резиновые, очки защитные; Освещенность и микроклимат рабочей зоны соответствуют нормируемым требованиям.</p>
--	--

<p>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</p> <ul style="list-style-type: none"> – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения) 	<p>Причинами возникновения пожаров в ФНФМ лаборатории могут быть: возгорание высокоактивных порошковых материалов; короткое замыкание электропроводок установки ГП или ПЭВМ. Внутренние инструкции ИФПМ ТНЦ СО РАН при работе с порошками регламентируют правила проведения экспериментальных исследований. Короткое замыкание ПЭВМ и установки ГП предотвращается включением в сеть электропредохранителей. Взрывобезопасность также регламентируется внутренними правилами, в которых указано: баллоны со сжатым газом должны устанавливаться в специальных подставках и транспортироваться при помощи носилок.</p>
<p>3. Охрана окружающей среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> – защита селитебной зоны – анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); – анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы); – анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); – разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды. 	<p>Величины выбросов в атмосферу ФНФМ лабораторией вредных веществ соответствуют рамкам ПДК. Попадание в гидро- и литосферу еще более незначительны. Твердые отходы должны быть убраны в посуду из цветного металла с подписью «Отходы!» в несгораемом шкафу. Уничтожаются отходы путем сжигания в безопасной зоне не реже 1 раза в месяц.</p>
<p>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <ul style="list-style-type: none"> – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий 	<p>Наиболее типичной ЧС для ФНФМ лаборатории является: взрыв баллонов со сжатым газом. Соблюдение правил взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ и внутренней инструкцией по охране труда при работе с баллонами со сжатыми газами предупреждает возникновение угроз взрыва.</p>
<p>5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны 	<p>Персонал работающий в ФНФМ лаборатории должен удовлетворять следующим требованиям: возраст не менее 18 лет; прохождение мед. освидетельствования, инструктажа по ТБ и ПБ; знание и соблюдение правил внутреннего распорядка лаборатории.</p>
<p>Перечень графического материала:</p>	
<p>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)</p>	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент каф. ЭБЖ ИНК НИ ТПУ	Раденков Тимофей Александрович			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5Б	Рыгин Александр Викторович		

5. Раздел «Социальная ответственность»

Введение: описание рабочего места

В настоящем разделе выпускной квалификационной работы представлены аспекты социальной ответственности, которые возлагаются на дипломника при выполнении научно-исследовательских и опытно-конструкторских разработок.

Экспериментальные работы проводились в лаборатории физики наноструктурных функциональных материалов ИФПМ ТНЦ СО РАН на установке горячего изостатического прессования (ГП).

Аналитическая часть осуществлялась при работе на персональной электронно-вычислительной машине (ПЭВМ).

Метод горячего прессования предполагает подъем изделий (до 1 кг) при подготовке исходных реакционных смесей и сборке установки ГП, что требует некоторого физического напряжения. Следовательно, данный характер работ, согласно СанПиН 2.2.4.548–96, необходимо относить к IIа категории работ [140].

Подготовка и получение порошковых смесей осуществляется посредством просеивания компонентов через наборы сит, а также дополнительной механической обработки в планетарной мельнице.

Основными факторами, оказывающими воздействие на персонал в области рабочей зоны, являются: наличие вредных веществ в воздухе рабочей зоны; микроклимат; естественное и искусственное освещение; шумы; электромагнитное воздействие.

Далее некоторые факторы рабочей зоны способны проявлять потенциально опасный характер, к таковым относятся: пожаро- и взрывобезопасность; электробезопасность; термическое травмирование.

Немаловажную роль играет защита окружающей среды. Для этого требуется знать ПДК различных веществ в различных природных средах, а также их количество, выделяемое при технологическом процессе.

К наиболее вероятным источникам ЧС природного характера на территории Томской области относятся: половодье; шквальные ветры и ураганы; лесные пожары.

Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов

- СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. – М.: Минздрав России, 1997.
- ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
- ГОСТ 12.4.011–89 ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.
- ГОСТ 12.4.041 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования.
- СНиП 41-01-2003. Отопление, вентиляция и кондиционирование.
- СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещённому освещению жилых и общественных зданий. – М.: Минздрав России, 2003.
- СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки.
- СанПиН 2.2.4.1191–03. Электромагнитные поля в производственных условиях. – М.: Минздрав России, 2003.
- ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.
- ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
- ГН 2.1.6.1338-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Минздрав России.
- ГОСТ 17.1.3.06–82. Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране подземных вод.
- ГОСТ 17.1.3.13–86. Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнений.
- ГН 2.1.5.2280-07 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования
- ГН 2.1.7.2041-06 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в почве Минздрав России.
- ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы

5.1. Анализ вредных факторов производственной среды

Вредные вещества. Подготовка реагентов для горячего прессования подразумевает активную работу с порошками различных материалов, что в свою очередь требует знания предельно допустимых концентраций веществ в воздухе рабочей зоны, а также способов защиты от негативного воздействия аэрозолей. В таблице 5.1 приведены данные ПДК, в соответствии с ГН 2.2.5.1313-03, исходных реагентов и продуктов спекания получаемых в эксперименте [141].

Таблица 5.1 - ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Наименование вещества	Величина ПДК, мг/м ³	Агрегатное состояние	Класс опасности	Действие на организм
Сажа черная	4	А	III	Ф, К
Карбид циркония (ZrC)	6	А	IV	Ф

К – канцерогенное воздействие;

Ф – фиброгенное воздействие.

Закрытое помещение рабочей зоны должно быть оборудовано системой вентиляции, обеспечивающей содержание веществ в воздухе в пределах ПДК по ГОСТ 12.4.011–89 ССБТ [142].

При работе с порошковыми материалами в воздухе образуется пылевая взвесь (аэрозоль), от которого персонал должен быть защищен и обеспечен спецодеждой по ГОСТ 12.4.016-83 [143] и респираторами ГОСТ 12.4.041 [144].

Микроклимат. Нарушение температурного режима, а также норм вентиляции помещений может привести к возникновению респираторных заболеваний и быстрой утомляемости персонала. Данные оптимальных и допустимых величин микроклимата для конкретной категории работ приведены в таблице 5.2 и 5.3 соответственно, согласно СанПиН 2.2.4.548–96 [140]:

Таблица 5.2 – Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхности °С	Отн. влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Хол.	IIa (175-232)	19-21	18-22	60-40	0,2
Тепл.		20-22	19-23	60-40	0,2

Таблица 5.3 – Допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхности °С	Отн. влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Хол.	IIa (175-232)	17,0- 23,0	16,0-24,0	15-75	0,1-0,3
Тепл.		18,0-27,0	17,0-28,0		0,1-0,4

Для создания оптимальных значений микроклимата в помещения необходимо, установить системы отопления и проточно-вытяжной вентиляции согласно СНиП 41-01-2003 [145].

Освещение в зависимости от времени суток, а также погодных условий может быть односторонним боковым естественным, совмещенным или общим искусственным, т.к. местное освещение при данном виде работ не требуется.

Недостаточное освещение снижает зрительную работоспособность, негативно влияет на психоэмоциональное состояние, перегружает ЦНС, приводит к развитию офтальмологических заболеваний.

Нормативные показатели освещенности научно-технических лабораторий в соответствии с СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03 и СНиП 23–05–95 представлены в таблице 5.4 [146,147].

Таблица 5.4 – Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения основных помещений общественного здания

Помещение	Естественное боковое освещение КЕО, %	Совмещенное освещение КЕО, %	Искусственное освещение	
			Освещенность при общем освещении, лк	Коэффициент пульсации, % не более
Лаборатории научно-технические	1,2	2,1	400	10

Согласно вышеизложенным данным, коэффициент пульсации не должен превышать 10%. Таким образом, при подключении освещения к трехфазной сети имеется возможность использовать любые типы электрических ламп: накаливания, газоразрядные и светодиодные. Требования к освещенности свидетельствуют о необходимости использования ламп мощности не менее 40 Вт – для ламп накаливания, 10 Вт – для люминесцентных ламп, 6 Вт – светодиодных ламп.

Шумы. Предварительная подготовка карбид циркониевого порошка заключается в просеивании через набор сит на установке, а также механической обработке порошков в планетарной мельнице. Данный процесс сопровождается возникновением звуковых колебания в рабочей зоне.

Воздействие шума на ЦНС человека значительно, подавленное психическое состояние снижает работоспособность персонала, велика вероятность развития неврита слухового нерва (тугоухость).

В таблице 5.5 представлены допустимые уровни звукового давления для широкополосного непостоянного шума по ГОСТ 12.1.003–83 ССБТ и СН 2.2.4/2.1.8.562–96 [148,149]:

Таблица 5.5 – Допускаемые уровни звукового давления

Вид трудовой деятельности, рабочие места	Уровни звукового давления, дБ, в октавных полосах со среднегеометрическими частотами, Гц									Уровни звука и эквивалентные уровни звука, дБ А
	31,5	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000	
В лабораториях	93	79	70	63	58	55	52	50	49	60

Снижение воздействия шума осуществляется в соответствии СНиП 23-03-2003 путем применения звукоизолирующих кожухов на рабочей установке.

Электромагнитные поля. Работа на установке горячего прессования обусловлена воздействием электромагнитных полей на персонал. Предельно допустимые уровни электромагнитного поля промышленной частоты (50 Гц) регламентируется по СанПиН 2.2.4.1191–03 где указывается, что защита от ЭМП осуществляется путем установки поглощающих или отражающих экранов.

5.2. Анализ опасных факторов производственной среды

Пожаровзрывобезопасность. Наиболее потенциально опасными факторами при горячем изостатическом прессовании являются пожаро- и взрывоопасность. Баллоны со сжатым газом; пожароопасные порошковые смеси материалов (ZrC и др.).

Правила безопасности при работе с баллонами со сжатым газом регламентируются ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ, а также внутренней инструкцией ИФПМ ТНЦ СО РАН «по охране труда при работе с баллонами со сжатыми газами». Таким образом в лабораториях баллоны с газом должны находиться на расстоянии не менее 1 м от отопительных приборов и печей и не менее 5 метров от источников тепла с открытым огнем, защищены от прямого действия солнечных лучей. Перенос баллонов производится на специальных носилках, каждый баллон должен быть оснащен исправным манометром, с отчетливо видимой шкалой давления [152,153].

Работа с порошками требует исполнения внутренней инструкции «по охране труда при работе с порошками, предназначенными горячего изостатического прессования» ИФПМ ТНЦ СО РАН. Нарушение техники безопасности может привести к возгоранию порошков, возникновению пожара и ожогам персонала. Газовзвеси исходных компонентов и продуктов синтеза в активных средах (воздушной, кислородной и т.д.) являются взрывоопасными. С целью предупреждения возгорания порошков необходимо: хранить пожароопасные порошки в отдельном помещении; запрещено включение электронагревательных приборов, курение, хождение с открытым огнем; все работы ведутся инструментом, изготовленным из не искрящих материалов (цвет. мет., фарфор, нержавеющей стали) [154].

Электробезопасность также имеет большое значение при работе на электрических установках. Контроль и исполнение норм электробезопасности выполняется в соответствии ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ и инструкцией «по электробезопасности персонала 1 группы допуска» ИФПМ ТНЦ СО РАН. На эксплуатируемых приборах предусмотрены: усиленная изоляция; зануление металлических корпусов в соответствии ГОСТ 12.1.030–81; пол лаборатории выполнен из токоизолирующего материала. Дополнительно следует применять шунтирующие (электропроводящие) комплекты, включающие одежду, обувь, средства защиты головы и рук. [155-157].

5.3. Охрана окружающей среды.

Работа с порошковыми материалами различной природы (см. таблица 5.1) приводит к формированию аэрозолей в воздухе рабочей зоны, после чего происходит выделение данных веществ в атмосферу. Концентрации веществ в атмосферном воздухе населенных мест должна соответствовать ГН 2.1.6.1338-03. Для предотвращения попадания веществ в атмосферу необходимо использование вентиляции со встроенной системой фильтрации. Таким образом обеспечиваются нормы содержания веществ в воздухе. Однако, стоит отметить, что содержание веществ в воздухе рабочей зоны значительно ниже ПДК [158].

Работа с порошковыми материалами различной природы приводит к формированию твердых отходов, при влажной уборке которых происходит формирование суспензий. Суспензии могут быть слиты вместе со сточными водами, что непосредственно приводит к загрязнению гидросферы. Согласно ГОСТ 17.1.3.13–86 и ГОСТ 17.1.3.06–82 установлено, что при концентрации данных веществ в водной среде ниже предельно допустимых по ГН 2.1.5.2280-07 дополнительная очистка сточных вод не требуется [159-161].

Аналогично с п.п.2.3. твердые отходы порошковых материалов вместе с подземными водами способны проникать в почву. ПДК вредных веществ в почве регламентируется согласно ГН 2.1.7.2041-06 [162].

Полученные отходы, по возможности, необходимо использовать повторно в синтезе, что обосновано не только экономической эффективностью, но и экологической безопасностью. В противном случае, отходы требуется захоронить в спец могильниках для объектов I-IV классов опасности или уничтожить (в т.ч. посредством сжигания) согласно ГОСТ Р 53692-2009 [163].

5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях

Нарушение техники безопасности может привести к возгоранию порошков, возникновению пожара и ожогам персонала. С целью предупреждения возгорания порошков необходимо: хранить пожароопасные

порошки в отдельном помещении; запрещено включение электронагревательных приборов, курение, хождение с открытым огнем; все работы ведутся инструментом, изготовленным из не искрящих материалов (цвет. мет., фарфора, нержавеющей стали) [154].

В случае возникновения пожара, горящие порошки следует тушить порошковыми огнетушителями, сухим песком или кошмой. Во избежание взрыва тушить горящие порошки водой или пенными огнетушителями запрещено.

При смешивании порошков вручную в случае их возгорания быстро убрать руки из бокса и засыпать горящую смесь сухим песком. В случае ожога рук наложить стерильную повязку на пораженное место и вызвать скорую помощь.

При искрении или загорании электропроводки или электрооборудования необходимо обесточить их, затем тушить сухим песком, углекислотным или порошковым огнетушителем, оксидом магния.

К наиболее вероятным источникам ЧС природного характера на территории Томской области относятся: половодье; шквальные ветры и ураганы; лесные пожары; эрозия почв; обильные осадки, в т.ч. крупный град и сильный туман. Предупреждением населения о возможных ЧС, а также ликвидацией их последствий занимается ГУ МЧС по Томской области [164].

5.5. Правовые и организационные вопросы безопасности

Расположение и компоновка рабочего места является неотъемлемой частью обеспечения безопасности персонала на рабочем месте. Лаборатории, предназначенные для проведения горячего изостатического прессования, требуют тщательной планировки во избежание возникновения аварийных ситуаций.

Технологический перерыв проводится каждые 1,5 – 2 часа продолжительностью не менее 15 минут. Проветривание помещения

проводится после влажной уборки в конце рабочего дня, т.к. возможно формирование аэрозолей вредных веществ.

В лаборатории должны присутствовать средства пожаротушения: порошковый огнетушитель; ящик с сушим песком и лопатой. Данная зона обозначается красным цветом, как цветом принадлежности к средствам противопожарной защиты согласно ГОСТ Р 12.4.026-2001 [165].

К работе на установке ГП допускаются лица достигшие (в том числе студенты, выполняющие курсовые и дипломные работы) 18 лет, прошедшие предварительное медицинское освидетельствование, вводный инструктаж и инструктаж на рабочем месте, стажировку и обучение безопасным приемам работы под руководством назначенных научных и инженерно-технических работников.



Рисунок 5.1 – План схема рабочей зоны лаборатории ФНФМ

Сотрудники, работающие с порошками, должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты (с периодичностью их замены): халат хлопчатобумажный; фартук прорезиненный с нагрудником; перчатки

резиновые; нарукавники прорезиненные или хлорвиниловые; противогаз или респиратор; очки защитные. При работе с огне- взрывоопасными веществами: костюм хлопчатобумажный с огнезащитной пропиткой вместо халата х/б; рукавицы хлопчатобумажные с огнезащитной пропиткой; маска защитная или шлем из огнезащитного материала.

Исполнение законодательной базы контролирует Федеральная инспекция труда при Министерстве труда и социальной защиты Российской Федерации [166]. В организации данную роль исполняет внутренняя инспекция по охране труда ИФПМ ТНЦ СО РАН.

Заключение

Получены композиционные системы ZrC/C из порошковых смесей карбида циркония ZrC (со средним размером частиц 3,6 мкм) и добавки технического углерода «П-234» С. Установлены следующие зависимости для полученных композитов:

- увеличение объемной доли углерода в составе композита 0-15 об.% приводит к снижению относительной плотности с 85 до 78 %, твердости с 10,9 до 4,5 ГПа, предела прочности при диаметральной сжатии с 233 [W(C) = 1 об.%] до 56 МПа;

- механическая обработка порошковых смесей снижает средний размер частиц ZrC до 1,6 мкм, увеличение объемной доли углерода 0-3 об.% приводит к росту относительной плотности с 83 до 86 %, твердости с 7,8 до 9,5 ГПа; увеличение объемной доли углерода 5-15 об.% приводит к снижению относительной плотности с 86 до 83 %, твердости с 7,7 до 2,8 ГПа; предел прочности при диаметральной сжатии с увеличением объемной доли углерода 0-15 об.% снижается с 305 [1 об.% С] до 5,8 МПа.

Получены композиционные системы ZrC/C из порошковых смесей карбида циркония ZrC (со средним размером частиц 1,4 мкм) и добавки технического углерода «П-234» С. Установлены следующие зависимости для полученных композитов:

- увеличение объемной доли углерода 0-3 об.% приводит к росту относительной плотности с 90 до 94 %, твердость сохраняет значение около 12,3 ГПа; увеличение объемной доли углерода 5-15 об.% приводит к снижению относительной плотности с 92 до 82 %, твердости с 12,62 до 4,2 ГПа;

- механическая обработка порошковых смесей снижает средний размер частиц ZrC до 1,1 мкм, увеличение объемной доли углерода 0-3 об.% приводит к росту относительной плотности с 91 до 95 %, твердость сохраняет значение около 11,6 ГПа; увеличение объемной доли углерода 5-15 об.% приводит к снижению относительной плотности с 94 до 87 %, твердости с 13,5 до 3,7 ГПа.

Список публикаций студента

1. Рыгин А.В., Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г. Функциональные материалы: разработка, исследование, применение: сборник тезисов докладов IV Всероссийского конкурса научных докладов студентов, 23-24 мая 2017 г. / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2017. – с.50
2. Рыгин А.В., Мировой Ю.А. Получение композиционной системы карбид циркония – углерод (ZrC–C) методом горячего прессования // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник трудов XIV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. Россия, Томск, 25–28 апреля 2017 г. / под ред. И.А. Курзиной, Г.А. Вороновой. – Томск: Изд-во – Национальный Исследовательский Томский политехнический университет, 2017. – с.303-305
3. Sivkov AA, Gerasimov DY, Evdokimov AA, Voronova GA, Rygin AV, Vodyankin AA. Study of titanium dioxide photocatalytic properties by decomposition of methylene blue (C₁₆H₁₈N₃SCl) aqueous solution // Nanotechnologies Russ 2016; 11 (5-6) – p. 355-360.
4. Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Евдокимов А.А., Воронова Г.А., Рыгин А.В., Водянкин А.А. Исследование фотокаталитических свойств диоксида титана при разложении водного раствора метиленового синего (C₁₆H₁₈N₃SCl) // Российские Нанотехнологии, Т.11, №5-6, 2016. – с.83-86
5. Рыгин А.В. Изучение свойств нитрид-, карбидкремниевого (Si₃N₄-SiC) композиционного материала // Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2015. – с. 232-235
6. Рыгин А.В. Перспективы применения систем на основе нитрид-, карбидкремниевой керамики (si₃n₄-sic) // Современные техника и технологии: сборник трудов XXI Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. В 2 т. Т. 1 / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2015.– с.421-423

Список используемой литературы

1. Ma S.L., Ma D.Y., Guo Y., Xu B., Wu G.Z., Xu K.W., et al. Synthesis and characterization of super hard, self-lubricating Ti-Si-C-N nanocomposite coatings. // *Acta. Mater.* – 2007. – Vol. 55, № 18. – P.6350-6355.
2. Guo Y., Ma S., Xu K., Bell T., Li X., Dong H. Transmission electron microscopy microstructural characterization of Ti-Si-C-N coatings. // *J. Mater. Res.* – 2008. – Vol. 23, № 1. – P.198-203.
3. Ji W., Zou B., Liu Y., Huang C., Guo P. Frictional behavior and wear resistance performance of gradient cermet composite tool materials sliding against hard materials. // *Ceram. Int.* – 2017. – Vol. 43, № 10. – P.7816-7826.
4. Ji W, Zou B, Huang C, Liu Y, Huang C. Fabrication, microstructure and mechanical properties of self-diffusion gradient cermet composite tool materials. // *Mater. Sci. Eng. A* – 2017. – Vol. 685. – P.332-341.
5. Ji W., Zou B., Huang C., Huang C., Liu Y., Guo P. Microstructure and mechanical properties of self-diffusion gradient cermet composite tool materials with different characteristics of surface layer. // *Ceram. Int.* – 2016. – Vol. 42, № 16. – P.19156-19166.
6. Ji W, Zou B, Huang C, Wang J, Xu K, Liu Y, et al. Effects of heating rate and metal binder on the microstructure and mechanical properties of self-diffusion gradient cermet composite tool materials. // *J. Alloys. Compd.* – 2016. – Vol. 677. – P.190-203.
7. Ouyang J.H., Li Y.F., Wang Y.M., Zhou Y., Murakami T. & Sasaki S., Microstructure and tribological properties of ZrO₂(Y₂O₃) matrix composites doped with different solid lubricants from room temperature to 800 °C // *Wear.* – 2009. – Vol. 267, № 9-10. – P.1353-1360.
8. Li Y., Ouyang J., Zhou Y., Liang X., Murakami T., Sasaki S. Room-temperature template-free synthesis of dumbbell-like SrSO₄ with hierarchical architecture. // *J. Cryst. Growth.* – 2010. – Vol. 312, № 11. – P.1886-1890.

9. Liu H., Ouyang J., Li Y.. High-temperature tribological properties of hot-pressed TZ3Y20A-SrSO₄ ceramic matrix composites. // *Cailiao Rechuli Xuebao*. – 2009. – Vol. 30, № 2. – P.9-13.
10. Polcar T., Evaristo M., Cavaleiro A. Self-lubricating W-S-C nanocomposite coatings. // *Plasma Processes Polym.* – 2009. – Vol. 6, № 6-7. – P.417-424.
11. Polcar T., Evaristo M., Stueber M., Cavaleiro A. Mechanical and tribological properties of sputtered Mo-Se-C coatings. // *Wear*. – 2009. – Vol. 266, № 3-4. – P.393-397.
12. Polcar T., Evaristo M., Cavaleiro A. Comparative study of the tribological behavior of self-lubricating W-S-C and Mo-Se-C sputtered coatings. // *Wear*. – 2009. – Vol. 266, № 3-4. – P.388-392.
13. Polcar T., Evaristo M., Stueber M., Cavaleiro A. Synthesis and structural properties of Mo-Se-C sputtered coatings. // *Surf. Coat. Technol.* – 2008. – Vol. 202, № 11. – P.2418-2422.
14. Ding C., Liu C., Yang Z., Wang Y., Sun Z., Yu L. Effect of size refinement and distribution of lubricants on friction coefficient of high temperature self-lubricating composites. // *Compos. Sci. Technol.* – 2010. – Vol. 70, № 6. – P.1000-1005.
15. Liu C.H., Ding C.H. Microstructure and tribological characterizations of Ni-based self-lubricating coating. // *Wear*. – 2010. – Vol. 268, № 2-3. – P.599-604.
16. Liu C., Cui S., Wang L., Yang Z., Ding B., Ding C. Microstructure and tribological properties of Ni-based self-lubricating coating. // *Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng*. – 2010. – Vol. 39, № 1. – P.72-75.
17. Cui S., Ding C., Yang Z., Ding B. Preparation of self-lubricating PM304 composite with high strength. // *Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng*. – 2008. – Vol. 37, № 11. – P.2031-2033.
18. Li F., Cheng J., Qiao Z., Ma J., Zhu S., Fu L., et al. A nickel-alloy-based high-temperature self-lubricating composite with simultaneously superior lubricity and high strength. // *Tribol. Lett.* – 2013. – Vol. 49, № 3. – P.573-577.

19. Zhen J., Li F., Zhu S., Ma J., Qiao Z., Liu W., et al. Friction and wear behavior of nickel-alloy-based high temperature self-lubricating composites against Si₃N₄ and Inconel 718. // Tribol. Int. – 2014. – Vol. 75. – P.1-9.
20. Zhang Y., Hu L., Chen J., Liu W. Fabrication and mechanical property of Y-TZP/Al₂O₃/Mo nanocomposites. // Kuei Suan Jen Hsueh Pao. – 2009. – Vol. 37, № 8. – P.1398-1401.
21. Zhang Y., Chen J., Hu L., Liu W. Pressureless-sintering behavior of nanocrystalline ZrO₂-Y₂O₃-Al₂O₃ system. // Mater. Lett. – 2006. – Vol. 60, № 17-18. – P.2302-2305.
22. Zhang Y., Hu L., Chen J., Liu W. Lubrication behavior of Y-TZP/Al₂O₃/Mo nanocomposites at high temperature. // Wear. – 2010. – Vol. 268, № 9-10. – P.1091-1094
23. Zhou S., Wang L., Xue Q. Improvement in load support capability of a-C(Al)-based nanocomposite coatings by multilayer architecture. // Surf. Coat. Technol. – 2011. – Vol. 206, № 2-3. – P.387-394.
24. Zhou S., Wang L., Xue Q. The structure and tribological properties of aluminum/carbon nanocomposite thin films synthesized by reactive magnetron sputtering. // Surf. Interface. Anal. – 2011. – Vol. 43, № 7. – P.1057-1063.
25. Zhou S., Wang L., Xue Q. Effect of Al target power of magnetron sputtering on the structure and tribological properties of diamond-like carbon films. // Mocaxue Xuebao. – 2011. – Vol. 31, № 3. – P.304-310.
26. Pan W., Gao Y., Li X., Song L., Zhong Z. Tribological behavior of B₄C/hBN ceramic composites sliding against ductile iron. // Mocaxue Xuebao – 2016. – Vol. 36, № 1. – P.61-69.
27. Pan W., Gao Y., Li X., Wu S., Song L., Zhong Z. Tribological Behavior of B₄C/hBN Ceramic Composites Sliding Against Gray Cast Irons Without Lubrication. // Tribol. Lett. – 2015. – Vol. 60, № 1.

28. Li X., Gao Y., Yang Q., Pan W., Li Y., Zhong Z., et al. Evaluation of tribological behavior of B₄C-hBN ceramic composites under water-lubricated condition. // *Ceram. Int.* – 2015. – Vol. 41, № 6. – P.7387-7393.
29. Li X., Gao Y., Pan W., Zhong Z., Song L., Chen W., et al. Effect of hBN content on the friction and wear characteristics of B₄C-hBN ceramic composites under dry sliding condition. // *Ceram. Int.* – 2015. – Vol. 41, № 3. – P.3918-3926.
30. Li X., Gao Y., Pan W., Wang X., Song L., Zhong Z., et al. Fabrication and characterization of B₄C-based ceramic composites with different mass fractions of hexagonal boron nitride. // *Ceram. Int.* – 2014. – Vol. 41, № 1. – P.27-36.
31. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии.* – 2012. №5. С.7–17.
32. Балкевич В.Л. Техническая керамика: Учебное пособие для вузов. –М.: Изд. Стройиздат, 1984. – 256с.
33. Варрик Н.М., Ивахненко Ю.А., Максимов В.Г. Оксид-оксидные композиционные материалы для газотурбинных двигателей (обзор) // *Труды ВИАМ.* 2014. №8. С.21
34. Strength, Fracture Toughness and Slow Crack Growth of Zirconia /Alumina Composites at Elevated Temperature, NASA/TM-2003-212108 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: www.nasa.gov. – 2017
35. Chokshi A. Densification and High Temperature Deformation on Oxide Ceramics // *Key Engineering Materials.* – 2009. – Vol. 395. – P.39–54.
36. Пат. 2379257 Российская Федерация, C04B35/10 Способ изготовления изделий из корундовой керамики [Текст] / Саванина Н.Н.; заявитель и патентообладатель ФГУП «Обнинск. науч.-произв. предприятие «Технология». – № 2008141080/03; заявл. 17.10.2008; опубл. 20.01.2010, бюл. № 2. – 5 с.

37. Teng X., Liu H., Huang C. Effect of Al₂O₃ Particle Size on the Mechanical Properties of Alumina-based Ceramics // Mater. Sci. Eng. A. – 2007. – Vol. 452–453. – P.545–551.
38. Zhao H., Li J., Guo S., Fan D., Liu G., Li J. Fast preparation of ZTA-TiC-FeCrNi cermets by high-gravity combustion synthesis. // Ceram. Int. – 2017. – Vol. 43, № 9. – P.6904-6909.
39. Madeira S., Pinto A.M.P., Rodrigues L.C., Carvalho O., Miranda G., Reis R.L., et al. Effect of sintering pressure on microstructure and mechanical properties of hot-pressed Ti6Al4V-ZrO₂ materials. // Mater. Des. – 2017. – Vol. 120. – P.394-403.
40. Larsson T., Li T., Xu M., Fransson I., Yu G., Andersson M., et al. Co-fabrication of nickel-YSZ cermet nanofibers via an electrospinning technique. // Mater. Res. Bull. – 2017. – Vol. 86. – P.38-43.
41. Winnicki M., Małachowska A., Piwowarczyk T., Rutkowska-Gorczyca M., Ambroziak A. The bond strength of Al + Al₂O₃ cermet coatings deposited by low-pressure cold spraying. // Arch. Civ. Mech. Eng. – 2016. – Vol. 16, № 4. – P.743-752.
42. Shi G., Wang Z., Liu L., Wang C. Influence of Y₂O₃ addition on the Ti/Al₂O₃ cermets by hot pressing sintering. // J. Alloys Compd. – 2015. – Vol. 628. – P.413-415.
43. Meir S., Kalabukhov S., Frage N., Hayun S. Mechanical properties of Al₂O₃/Ti composites fabricated by spark plasma sintering. // Ceram. Int. – 2015. – Vol 41, № 3. – P.4637-4643.
44. Liu F., Yi G., Wang W., Shan Y., Jia J. Tribological properties of NiCr-Al₂O₃ cermet-based composites with addition of multiple-lubricants at elevated temperatures. // Tribol. Int. – 2013. – Vol. 67. – P.164-173.
45. Пат. 1802522 СССР, С04В 35/58 Керамический композиционный материал и способ его получения [Текст] / Баринов С.М.; заявитель и

- патентообладатель Мос. хим.-техн. инст. им. Д.И. Менделеева. – № 4918782/33; заявл. 15.03.1991; опубл. 20.07.2006, бюл. № 20.
46. Patent US5538533 A, Alumina-based ceramic composite / Kathleen B.; assig. Martin Marietta Energy Systems. – № 8-498,417; publ. 1996-07-23.
47. Patent US5129801 A, Fabrication of high temperature materials by exothermic synthesis and subsequent dynamic consolidation. – № 07/641,945; publ. 1992-07-14
48. Patent US7723249 B2, Ceramic material for high temperature service. – № 11/520,043; publ. 2010-05-25.
49. Анциферов В.Н., Порозова С.Е., Кульметьева В.Б., Крохалева Е.Г. Керамический материал на основе нанокристаллического порошка ZrO_2 , стабилизированного концентратом РЗЭ // Огнеупоры и техническая керамика. – 2011. – № 3. – С. 3–9.
50. Пат. 2249570 РФ, С04В35/482 Состав шихты для изготовления керамического материала зернистого строения из диоксида циркония [Текст] / Лукин Е.С.; заявитель и патентообладатель Лукин Евгений Степанович; – № 2002117879/03; заявл. 04.07.2002; опубл. 10.04.2005, бюл. № 10.
51. Пат. 2341494 РФ, С04В35/488 С04В35/626 Композиционный керамический материал [Текст] / Мельников А.Г.; заявитель и патентообладатель Институт физики прочности и материаловедения Сибирское отделение Российской академии наук (ИФПМ СО РАН); – № 2007104479/03; заявл. 05.02.2007; опубл. 20.12.2008, бюл. № 35
52. Heyi G., Jianye L., Xianqin H. Effects of ZrO_2 Fibers on the Mechanical Properties of Nano ZrO_2/Al_2O_3 Ceramic Composites //Advanced Materials Research. – 2012. – Vol. 455–456. – P. 645–649.
53. Wang F, Zhang K, Han W. Superplastic extrusion of ultra fine-grained 3Y-TZP/ Al_2O_3 ceramic for turbine disk. // Mater Sci Forum. – 2007. – Vol. 551-552. – P. 501-506.

54. Ермоленко И.Н., Ульянова Т.М., Витязь П.А. Волокнистые высокотемпературные керамические материалы. – М.: Наука и техника. – 1991. – 255 с.
55. Горная энциклопедия. // Под редакцией Е. А. Козловского – М.: Советская энциклопедия. – 1987. – Т. 3: Кенган-Орт. – 592 с.
56. Patent DE2920795 (C2), High-strength and temperature-change resistant ceramic formed body, especially of mullite, its production and use. - № DE19792920795; publ.1989-05-11
57. Patent US 4687652 A, Low temperature formation of mullite using silicon alkoxide and aluminum alkoxide: pat. - № 06/867,727; publ.1987-08-18
58. Пат. 2292320 РФ, Способ получения порошка керамического композиционного материала [Текст] Каблов Е.В.; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное унитарное предприятие "Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов" (ФГУП "ВИАМ"); – № 2005125772/03; заявл. 15.08.2005; опубл. 27.01.2007 бюл. № 3
59. Лукин Е.С. Получение наноструктурированных порошков частично стабилизированного диоксида циркония для керамики с высокой механической прочностью // Стекло и керамика. – 2010. – № 4. – С.18–21.
60. Chang-Ju H., Wei-Hsing T.. Phase stability and Microstructure Evolution of Ytria stabilized Zirconia during Firing in a Reducing Atmosphere //Ceramics International. – 2011. – Vol. 37. – P.1401–1407
61. Asadi S., Abdizadeh H., Vahidshad Y. Effect of Crystalline Size on the Structure of Copper Doped Zirconia Nanoparticles Synthesized via Sol-Gel // Journal of Nanostructures. – 2012. – Vol. 2. – P.205–212.
62. Sayir A, Farmer S. Effect of the microstructure on mechanical properties of directionally solidified Al₂O₃/ZrO₂(Y₂O₃) eutectic. // Acta Mater. – 2000. – Vol. 48. – № 18-19. – P. 4691-4697.

63. Aragón-Duarte M, Nevarez-Rascón A, Esparza-Ponce H, Nevarez-Rascón M, Talamantes R, Ornelas C, et al. Nanomechanical properties of zirconia- yttria and alumina zirconia- yttria biomedical ceramics, subjected to low temperature aging. // *Ceram Int.* – 2017. – Vol. 43. – № 5. – P.3931-3939.
64. Zhang F, Chevalier J, Olagnon C, Meerbeek B, Vleugels J. Slow crack growth and hydrothermal aging stability of an alumina-toughened zirconia composite made from La₂O₃-doped 2Y-TZP. // *J Eur Ceram Soc.* – 2017. – Vol. 37. – № 4 – P.1865-1871.
65. Meunier C, Zuo F, Peillon N, Saunier S, Marinel S, Goeuriot D. In situ study on microwave sintering of ZTA ceramic: Effect of ZrO₂ content on densification, hardness, and toughness. // *J Am Ceram Soc.* – 2017. – Vol. 100. – № 3. – P.929-936.
66. Patent US5601674 A, Fiber reinforced ceramic matrix composite member and method for making. – № US 08/473,391; publ.1997-02-11
67. Patent US 7153379 B2, Methods of producing a ceramic matrix composite. – № US US 10/966,649; publ. 2006-12-26
68. Mall S., Ahn J.-M. Frequence Effects on Fatigue Behavior of Nextel 720/alumina at Room Temperature // *Journal of the European Ceramic Society.* – 2008. – Vol. 28. – № 14. – P.2783–2789.
69. Ruggles-Wrenn M.B., Laffey P.D. Creep Behavior in Interlaminar Shear of Nextel 720/alumina Ceramic Composite at Elevated Temperature in Air and in Steam // *Composites Science and Technology.* – 2008. – Vol. 68. – №– 10–11. – P. 2260–2266.
70. Tomaszewski H., Weglarz H., Wajler A. Multilayer Ceramic Composites with High Failure Resistance // *Journal of the European Ceramic Society.* – 2007. – Vol. 27. – № 23. – P.1373–1377.
71. Kim ST, Dravid VP. Focused ion beam sample preparation of continuous fibre-reinforced ceramic composite specimens for transmission electron microscopy. // *J Microsc.* – 2000. – Vol. 198. – № 2. – P.124-133.

72. Cinibulk MK. Hexaluminates as a cleavable fiber-matrix interphase: Synthesis, texture development, and phase compatibility. // J Eur Ceram Soc – 2000. – Vol. 20. – № 5. – P.569-582.
73. Hay RS, Boakye EE. Monazite Coatings on Fibers: I, Effect of Temperature and Alumina Doping on Coated-Fiber Tensile Strength. // J Am Ceram Soc – 2001. – Vol. 84. – № 3-12. – P.2783-2792.
74. Boakye EE, Hay RS, Mogilevsky P, Douglas LM. Monazite Coatings on Fibers: II, Coating without Strength Degradation. // J Am Ceram Soc. – 2001. – Vol. 84. – № 3-12. – P.2793-2801.
75. Ruggles-Wrenn MB, Musil SS, Mall S, Keller KA. Creep behavior of Nextel™610/Monazite/Alumina composite at elevated temperatures. // Compos Sci Technol. – 2006. – Vol. 66. – № 13. – P.2089-2099.
76. Fair GE, Hay RS, Boakye EE. Precipitation coating of rare-earth orthophosphates on woven ceramic fibers-effect of rare-earth cation on coating morphology and coated fiber strength. // J Am Ceram Soc. – 2008. – Vol. 91. – № 7. – P.2117-2123.
77. Ruggles-Wrenn MB, Yeleser T, Fair GE, Davis JB. Effects of steam environment on creep behavior of Nextel™ 610/monazite/alumina composite at 1,100°C. // Appl Compos Mater. – 2009. – Vol. 16. – № 6. – P.379-392.
78. Hay R.S., Zawada L., Cinibulk M., Zelina J. Evaluation of Oxide-Oxide Composites in a Novel Combustor Wall Application // International Journal of Applied Ceramic Technology. – 2005. – Vol. 2. – № 2. – P.122–132.
79. Сорокин О.Ю., Гращенко Д.В., Солнцев С.Ст., Евдокимов С.А. Керамические композиционные материалы с высокой окислительной стойкостью для перспективных летательных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ. – 2014. – № 6. – 13 с.
80. Jastin J.F., Jankowiak A. Ultra high temperature ceramics: densification, properties and thermal stability //Aerospace Lab. – 2011. – № 3. – P.1–11.

81. Доспехи для «Бурана». Материалы и технологии ВИАМ для МКС «Энергия–Буран» / Под. ред. Е.Н. Каблова. – М.: Фонд «Наука и жизнь». 2013. – 128 с.
82. Симоненко Е.П., Симоненко Н.П., Севастьянов В.Г., Гращенков Д.В., Кузнецов Н.Т., Каблов Е.Н. Функционально градиентный композиционный материал SiC/(ZrO₂–HfO₂–Y₂O₃), полученный с применением золь-гель метода // Композиты и наноструктуры. – 2011. – Т. 4. – С. 52–64.
83. Лебедева Ю.Е., Попович Н.В., Орлова Л.А. Защитные высокотемпературные покрытия для композиционных материалов на основе SiC // Труды ВИАМ. – 2013. – № 2. – С. 06
84. Gasch M., Ellerby D., Beckman S. Processing, properties and arc jet oxidation of hafnium diboride/silicon carbide ultrahigh temperature ceramics //J. Mater. Sci. – 2004. – Vol. 39. – P. 5925–5937.
85. Bongiorno A., Först C.J., Kalia R.K. A Perspective on Modeling Materials in Extreme Environments: Oxidation of Ultrahigh-Temperature Ceramics //MRS Bulletin. – 2006. – Vol. 31. – P. 410–418.
86. Eakins E., Jayaseelan D.D., Lee W.E. Toward Oxidation-Resistant ZrB₂–SiC Ultra High Temperature Ceramics //Metal. Mater. Trans. A. – 2011. – V. 42A. – P.878–887.
87. Magnani G., Antolini F., Beaulardi L. Sintering, high temperature strength and oxidation resistance of liquid-phase-pressureless-sintered SiC–AlN ceramics with addition of rare-earth oxides //J. Eur. Cer. Soc. – 2009. – Vol. 29. – P.2411–2417.
88. Lojanová Š., Dusza J., Šajgalík P. Characterization of rare-earth doped Si₃N₄/SiC micro/ nanocomposites //Proc. and Appl. Of Cer. – 2010. – Vol. 4. – № 1. – P.25–32.
89. Williams P.A., Sakidia R., Perepezko J.H. Oxidation of ZrB₂–SiC ultra-high temperature composites over a wide range of SiC content //J. Eur. Cer. Soc. – 2012. – Vol. 32. – P. 3875–3883.

90. Paul A., Jayaseelan D.D., Venugopal S. UHTC composites for hypersonic applications // *Am. Cer. Soc. Bul.* – 2012. – V. 91. – №1. – P. 22–29.
91. Monteverde F., Alfano D., Savino R. Effects of LaB₆ addition on arc-jet convectively heated SiC-containing ZrB₂-based ultra-high temperature ceramics in high enthalpy supersonic airflows // *Corrosion Science.* – 2013. – Vol. 75. – P. 443–453.
92. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Труды ВИАМ.* – 2013. – №2. – С. 01
93. Stackpoole M., Rom G., Whitt J. UHTC composites with nanotube-reinforcement for advanced TPS applications // In: 3-rd Int. Planetary Probe Workshop. Anavyssos, Attiki. – 2005.
94. Гуняев Г.М., Каблов Е.Н., Алексашин В.М. Модифицирование конструкционных углепластиков углеродными наночастицами // *Российский химический журнал.* – 2010. – Т. LIV. – №1. – С. 5–19.
95. Yadhukulakrishnan G.B., Karumuri S., Rahman A. Spark plasma sintering of graphene reinforced zirconium diboride ultra-high temperature ceramic composites // *Cer. Int.* – 2013. – №39. – P. 6637–6646.
96. Wuchina E, Opila E, Opeka M, Fahrenholtz W, Talmy I. UHTCs: Ultra-High Temperature Ceramic materials for extreme environment applications. *Electrochem Soc Interface.* – 2007. – Vol. 16. – № 4. – P.30-36.
97. Matović B, Yano T. Silicon Carbide and Other Carbides: From Stars to the Advanced Ceramics. *Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing, and Properties: Second Edition.* // – Amsterdam: Academic Press. – 2013. p. 225-244.
98. Hasselman, D. P. H., Becher, P. F., & Mazdiyasi, K. S. Analysis of the resistance of high-E, low-E brittle composites to failure by thermal shock. // *Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik.* – 1980. – Vol. 11 – № 3. – P.82-92;

99. Shabalin, I. L., Tomkinson, D. M., & Shabalin, L. I. High-temperature hot-pressing of titanium carbide-graphite hetero-modulus ceramics. // Journal of the European Ceramic Society. – 2007. – Vol. 27. – № 5. – P. 2171-2181.;
100. Shabalin, I. L., Wang, Y., Krynkina, A. V., Umnova, O. V., Vishnyakov, V. M., Shabalin, L. I., & Churkin, V. K. Physicomechanical properties of ultrahigh temperature heteromodulus ceramics based on group 4 transition metal carbides. // Advances in Applied Ceramics. – 2010. – Vol. 109. – № 7. – P. 405-415.
101. Propulsion System Components. Liquid Rocket Engines [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.ultramet.com/propulsionsystem_components_liquid_rocket.html. – 2017
102. Zhu Y, Wang S, Chen H, Li W, Chen Z. Effects of copper on microstructure and mechanical properties of C f/ZrC composites fabricated by low-temperature liquid metal infiltration. // Ceram Int. – 2014. – Vol. 40. – № 2. – P. 2793-2798.
103. Wang S, Zhu Y, Chen H, Li W, Chen Z. Effect of Cu on the ablation properties of Cf/ZrC composites fabricated by infiltrating Cf/C preforms with Zr-Cu alloys. // Ceram Int. – 2015. – Vol. 41. – № 4. – P. 5976-5983.
104. Warren B. Blumenthal, The Chemical Behavior of Zirconium // – N.Y.: Chief of Chemical Research Titanium Alloy Manufacturing Division National Lead Company Niagara Falls, – 1958; – p.398
105. Диаграмма состояния двойных металлических систем: справочник: в 3т.: Т. 1 / Под общ. Ред. Н.П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1996. – 992 с.
106. Волков, А.И., Жарский, И.М. Большой химический справочник / А.И. Волков, И.М. Жарский. – Мн.: Современная школа, 2005. - 608 с.
107. Косолапова Т.Я. (ред). Свойства, получение и применение тугоплавких соединений. Справочное издание. – М.: Металлургия. 1986. 928 с.

108. Mallick AR, Chakraborty S, Das PK. Synthesis and consolidation of ZrC based ceramics: A review. // *Rev Adv Mater Sci.* – 2016. – Vol. 44. – № 2. – P.109-133.
109. HASSELMAN, D. P. H. Experimental and calculated young's moduli of zirconium carbide containing a dispersed phase of graphite. // *Journal of the American Ceramic Society.* – 1963. – Vol. 46. – № 2. – P. 103-104.
110. LEIPOLD MH, NIELSEN TH. Mechanical Properties of Hot-Pressed Zirconium Carbide Tested to 2600°C. // *J Am Ceram Soc.* – 1964. – Vol. 47. – № 9. – P.419-424.
111. Carnahan, R. D., Janowski, K. R., & Rossi, R. C. Microstructures of zirconium-based ternary carbide alloys. // *Metallography.* – 1969. – Vol. 2. – № 1. – P. 65-77.
112. CARNAHAN RD, JANOWSKI KR, ROSSI RC. Elastic Behavior of Arc-Cast Zirconium Carbide-Graphite Alloys. // *J Am Ceram Soc.* – 1969. – Vol. 52. – № 9. – P.475-477
113. ROSSI RC, KENDALL EG. Bend Strength of Arc-Melted TiC-C Alloys. // *J Am Ceram Soc.* – 1970. – Vol. 53. – № 8 – P. 476-477.
114. Song M, Huang B, Zhang M, Li J. Reaction synthesis of nano-scale ZrC particulates by self-propagating high-temperature synthesis from Al-Zr-C powder mixtures. // *ISIJ Int.* – 2008. – Vol. 48. – № 7. – P.1026-1029
115. Хасанов О.Л. Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, З.Г. Бикбаева – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 212 с.
116. Алымов М.И. Порошковая металлургия нанокристаллических материалов. –М.: Наука, 2007. –169с.
117. Patterson MCL, He S, Fehrenbacher LL, Hanigofsky J, Reed BD. Advanced HfC-TaC oxidation resistant composite rocket thruster. // *Mater Manuf Process.* – 1996 – Vol. 11. – № 3. – P. 367-379.

118. Xiao K, Guo Q, Liu Z, Zhao S, Zhao Y. Influence of fiber coating thickness on microstructure and mechanical properties of carbon fiber-reinforced zirconium diboride based composites. // *Ceram Int.* – 2014. – Vol. 40. – № 1 PART B. – P. 1539-1544.
119. Kim C, Grummon DS, Gottstein G. Processing and interface characteristics of graphite fiber reinforced tantalum carbide matrix composites. // *Scripta Metallurgica et Materiala.* – 1991. – Vol. 25. – № 10. – P. 2351-2356.
120. Guo S, Naito K, Kagawa Y. Mechanical and physical behaviors of short pitch-based carbon fiber-reinforced HfB₂-SiC matrix composites. // *Ceram Int.* – 2013. – Vol. 39. – № 2. – P. 1567-1574.
121. Wang X, Liu J, Kan Y, Zhang G. Effect of solid solution formation on densification of hot-pressed ZrC ceramics with MC (M=V, Nb, and Ta) additions. // *J Eur Ceram Soc.* – 2012. – Vol. 32. – № 8. – P.1795-1802.
122. Silvestroni L, Sciti D, Balat-Pichelin M, Charpentier L. Zirconium carbide doped with tantalum silicide: Microstructure, mechanical properties and high temperature oxidation. // *Mater Chem Phys.* – 2013. – Vol. 143. – № 1. – P.407-415.
123. Núñez-González B, Ortiz AL, Guiberteau F, Padture NP. Effect of MoSi₂ content on the lubricated sliding-wear resistance of ZrC-MoSi₂ composites. // *J Eur Ceram Soc.* – 2011. – Vol. 31. – № 5. – P.877-882.
124. Zhao L, Jia D, Duan X, Yang Z, Zhou Y. Oxidation of ZrC-30vol% SiC composite in air from low to ultrahigh temperature. // *J Eur Ceram Soc.* – 2012. – Vol. 32. – № 4. – P. 947-954.
125. Song C, Lin T, He P, Yang W, Jia D, Feng J. Microstructure evolution and its effect on the mechanical properties of the ZrC-SiC composite joint diffusion bonded with pure Ni foil. // *Ceram Int.* – 2014. – Vol. 40. – № 1 PART A. – P.17-23.

126. Li J, Meng S, Wang Z, Liu Q, Zhang Y. Study on ZrC-20vol.%SiC w ultrahigh temperature ceramics by hot pressing. // *Adv Mater Res.* – 2012. – Vol. 557-559. P. 772-775.
127. Jayaseelan DD, Jackson H, Eakins E, Brown P, Lee WE. Laser modified microstructures in ZrB₂, ZrB₂/SiC and ZrC. // *J Eur Ceram Soc.* – 2010 – Vol. 30. – № 11. – P.2279-2288.
128. Jackson HF, Jayaseelan DD, Lee WE, Reece MJ, Inam F, Manara D, et al. Laser melting of spark plasma-sintered zirconium carbide: Thermophysical properties of a generation IV very high-temperature reactor material. // *Int J Appl Ceram Technol.* – 2010. – Vol. 7. – № 3 – P. 316-326.
129. Kondo T, Kuramoto T, Kodera Y, Ohyanagi M, Munir ZA. Influence of pulsed DC current and electric field on growth of carbide ceramics during spark plasma sintering. // *J Ceram Soc Jpn.* – 2008. – Vol. 116. – № 1359. – P.1187-1192.
130. Núñez-González B, Ortiz AL, Guiberteau F, Nygren M. Improvement of the spark-plasma-sintering kinetics of ZrC by high-energy ball-milling. // *J Am Ceram Soc.* – 2012. – Vol. 95. – № 2. – P. 453-456.
131. Pizon D, Charpentier L, Lucas R, Foucaud S, Maître A, Balat-Pichelin M. Oxidation behavior of spark plasma sintered ZrC-SiC composites obtained from the polymer-derived ceramics route. // *Ceram Int.* – 2014. – Vol. 40. – № 3. – P. 5025-5031.
132. Núñez-González B, Ortiz AL, Guiberteau F, Nygren M. Spark-plasma-sintering kinetics of ZrC-SiC powder mixtures subjected to high-energy co-ball-milling. // *Ceram Int.* – 2013. – Vol. 39. – № 8. – P. 9691-9697.
133. Sciti D, Nygren M. Spark plasma sintering of ultra refractory compounds. // *J Mater Sci.* – 2008. – Vol. 43. – № 19. – P. 6414-6421.
134. Goutier F, Trolliard G, Valette S, Maître A, Estournes C. Role of impurities on the spark plasma sintering of ZrC_x-ZrB₂ composites. // *J Eur Ceram Soc* – 2008. – Vol. 28. – № 3. – P. 671-678.

135. ГОСТ 7885-86. Углерод технический для производства резины. Технические условия (с Изменениями N 1-4). – М.: Издательство стандартов, 2008. – 37 с.
136. XRD-7000 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.shimadzu.ru/xrd-7000> – 2017.
137. Дифрактометр рентгеновский ДРОН-3. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.rusnanonet.ru/nns/17037/equip/?page=18744>. – 2017.
138. Серия сканирующих электронных микроскопов VEGA 3. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://tescan.ru/products/vega-sem/> – 2017.
139. Видяев И.Г., Серикова Г.Н., Гаврикова Н.А. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение: учебно-методическое пособие – Томск: ТПУ, 2014. – 36 с.
140. СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. – М.: Минздрав России, 1997.
141. ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
142. ГОСТ 12.4.011–89 ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.
143. ГОСТ 12.4.016-83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная. Номенклатура показателей качества.
144. ГОСТ 12.4.041 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования.
145. СНиП 41-01-2003. Отопление, вентиляция и кондиционирование.
146. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещённому освещению жилых и общественных зданий. – М.: Минздрав России, 2003.
147. СНиП 23–05–95. Нормы проектирования. Естественное и искусственное освещение. – М.: Минстрой России, 1995.

148. ГОСТ 12.1.003–83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.
149. СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки.
150. СНиП 23-03-2003. Защита от шума.
151. СанПиН 2.2.4.1191–03. Электромагнитные поля в производственных условиях. – М.: Минздрав России, 2003.
152. ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.
153. Инструкция по охране труда при работе с баллонами со сжатыми газами. ИФПМ ТНЦ СО РАН. – 2013.
154. Инструкция по охране труда при работе с порошками, предназначенными для горячего изостатического прессования. ИФПМ ТНЦ СО РАН. – 2013.
155. ГОСТ 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
156. Инструкция по электробезопасности персонала 1 группы допуска. ИФПМ ТНЦ СО РАН. – 2013.
157. ГОСТ 12.1.030–81. Защитное заземление, зануление.
158. ГН 2.1.6.1338-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Минздрав России.
159. ГОСТ 17.1.3.06–82. Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране подземных вод.
160. ГОСТ 17.1.3.13–86. Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнений.
161. ГН 2.1.5.2280-07 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования
162. ГН 2.1.7.2041-06 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в почве Минздрав России.

163. ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов.
164. Главное Управление МЧС по Томской области [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://70.mchs.gov.ru/>
165. ГОСТ Р 12.4.026-2001. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная назначением и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний.
166. Министерство труда и социальной защиты Российской Федерации [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.rosmintrud.ru/> – 2015.

Приложение А

Раздел 3

Структура и свойства композиционной керамики ZrC/C

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ5Б	Рыгин Александр Викторович		

Консультант кафедры ММС:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Бужкова С.П.	Д.Т.Н., профессор		

Консультант – лингвист кафедры ИЯ ФТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ст.преп.	Квашнина О.С.	—		

3. Structure and properties of composite ceramics ZrC/C

3.1. Phase composition and structure of ZrC and C powders

The preparation of powder mixtures was carried out from rough and fine powders of zirconium carbide and carbon black P-234. Powders C and ZrC were mixed in appropriate proportions (the volume fraction of carbon in the mixture was 0, 1, 3, 5, 10, 15 vol.%); The first group of mixtures was homogenized by liquid-phase stirring in ethyl alcohol while drying in an furnace at a temperature of 180 ° C. The second group of powders was mixed in a planetary mill for 5 minutes.

Table 3.1 – Phase composition of powder mixtures

Volume fraction C, vol.%	Mixture mass $m(\text{ZrC}+\text{C})$, g	P-234 mass $m(\text{C})$, g	ZrC mass $m(\text{ZrC})$, g	Theoretical density of composite ρ_t , g/cm ³
0	25	0.00	25.00	6.73
1		0.07	24.93	6.68
3		0.21	24.79	6.58
5		0.35	24.65	6.48
10		0.73	24.27	6.23
15		1.14	23.86	5.98

The X-ray powder diffraction patterns were obtained on a Shimadzu XRD-7000S diffractometer using monochromatic Cu-K α radiation. The results were provided by the SEIC "Nanomaterials and Nanotechnologies" NR TPU.

A significant broadening of the peaks is observed on the roentgenogram of carbon (Fig. 3.1), which can indicate the presence of both amorphous and nanocrystalline phases.

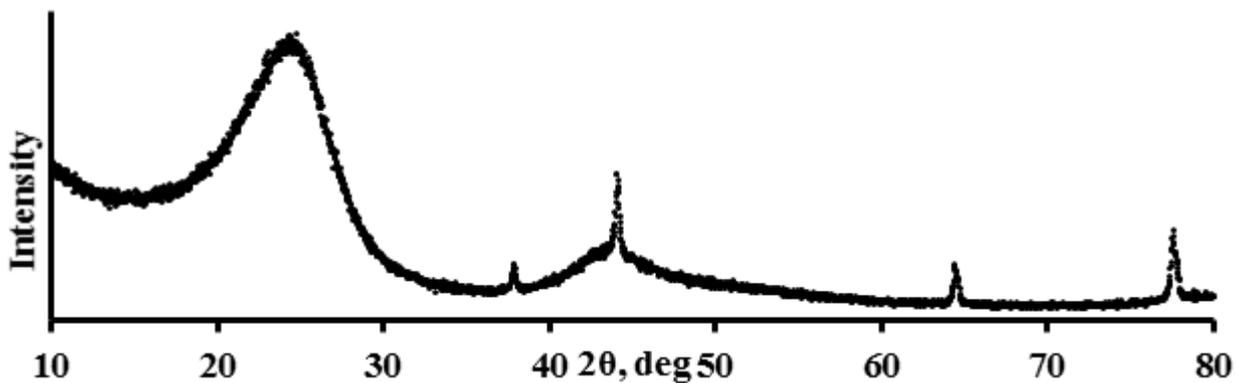


Figure 3.1 – XRD analysis of carbon powder P-234

The obtained by scanning electron microscope (SEM) images showed (Fig. 3.2) large granules of carbon black powder consisting of agglomerates of 20 to 50 μm . The agglomerates were formed by smaller particles of less than 1 μm .

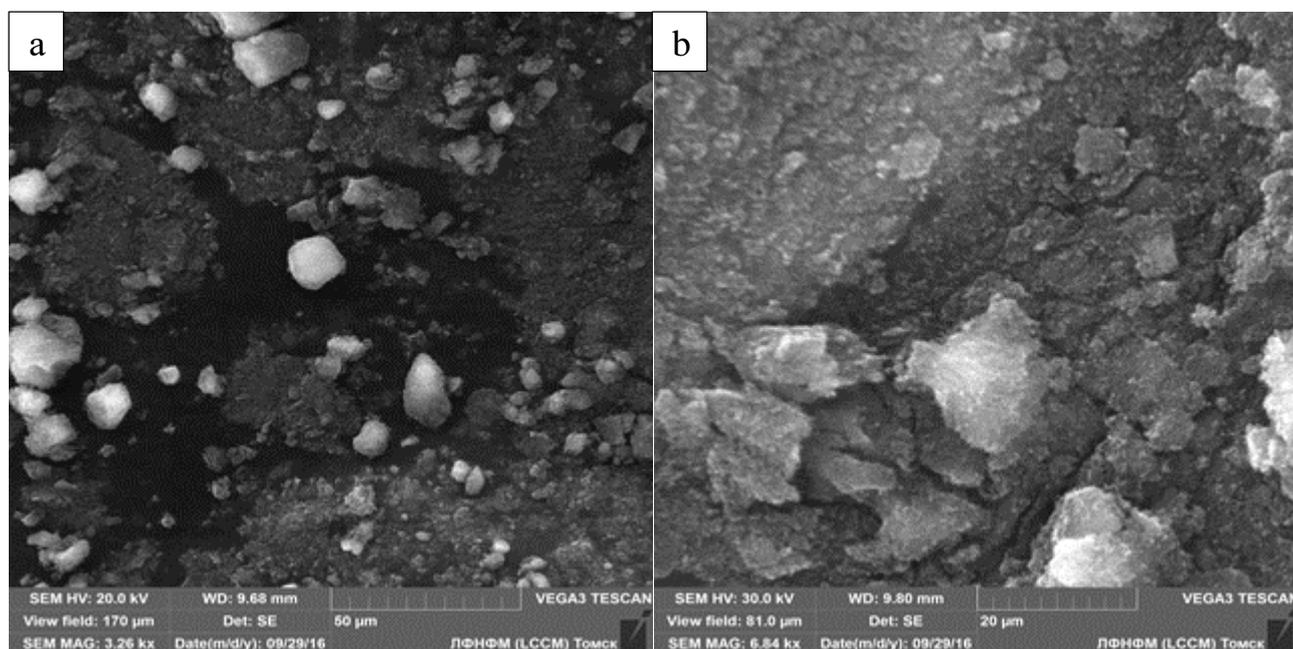


Figure 3.2 – SEM images of carbon black powder P-234: a – magnification 3.26 kx; b – magnification 6.84 kx

The main peaks of zirconium carbide are clearly expressed in Figure 3.3, there are no significant impurities, the lattice period is 0.4695 nm. The coherent scattering region (CSR) of the powder is 72 nm, the sub-grain distortion value equals 0.9×10^{-3} .

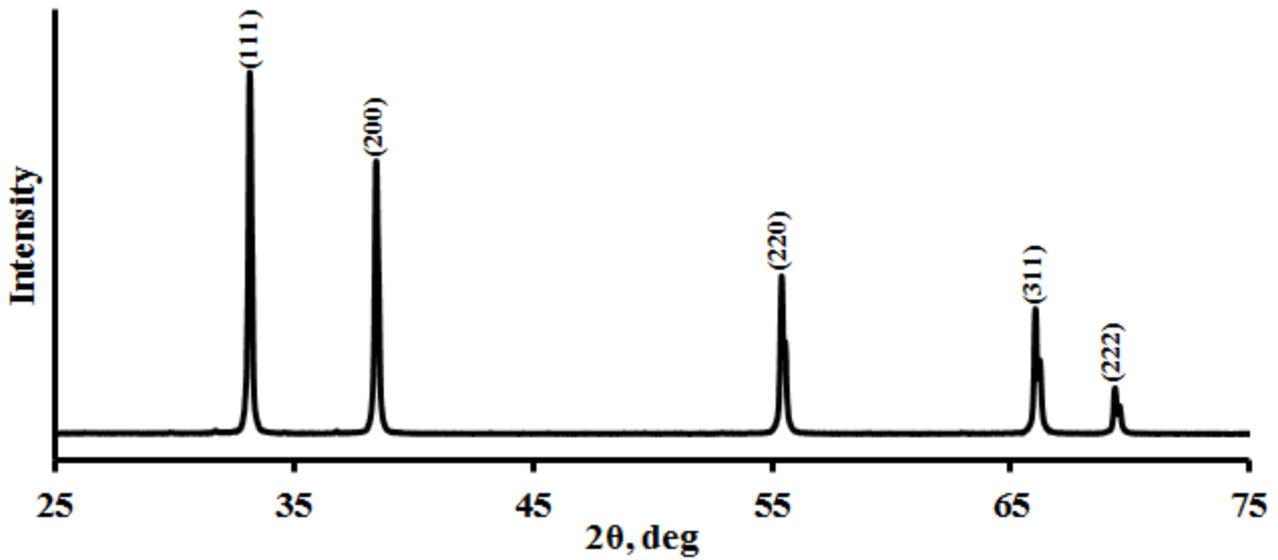


Figure 3.3 – XRD pattern of rough ZrC powder

Planetary mill mechanical treatment contributed to a reduction of lattice period to 0.4692 nm, and CSR of the powder decreased to 19 nm. The crystal lattice distortion value increased to 3.8×10^{-3} .

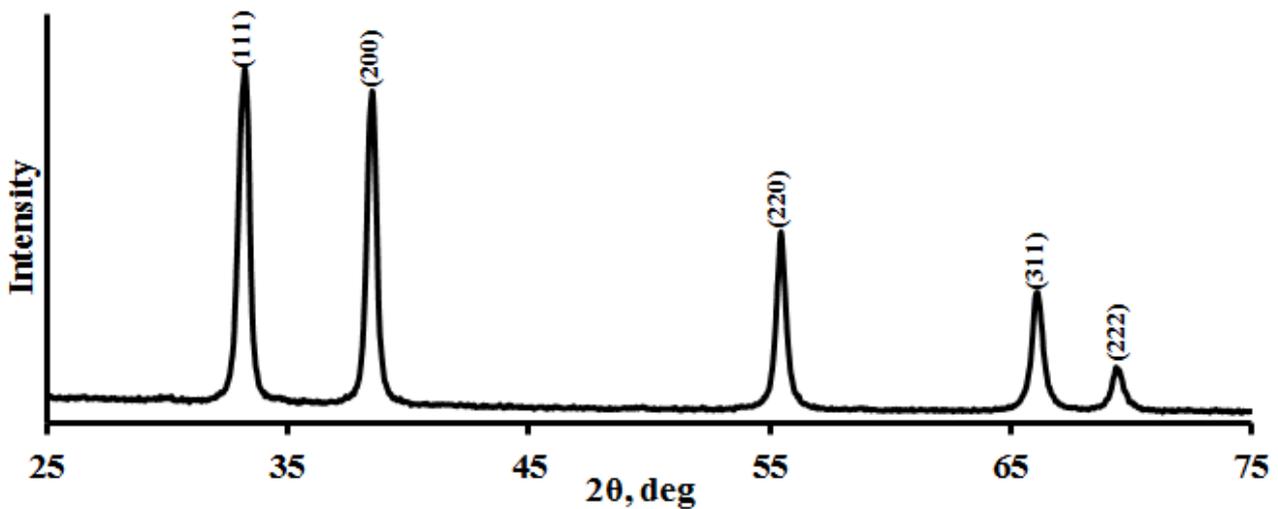


Figure 3.4 – XRD pattern of rough ZrC powder after planetary mill treatment

Particles of zirconium carbide powder (Figure 3.5) are irregular with a size range of 1.0 to 8.5 μm and average diameter of 3.5 μm , which form larger agglomerates to 20 μm . The particle size distribution (Figure 3.6) is of unimodal type, the modal diameter is 2.5 μm .

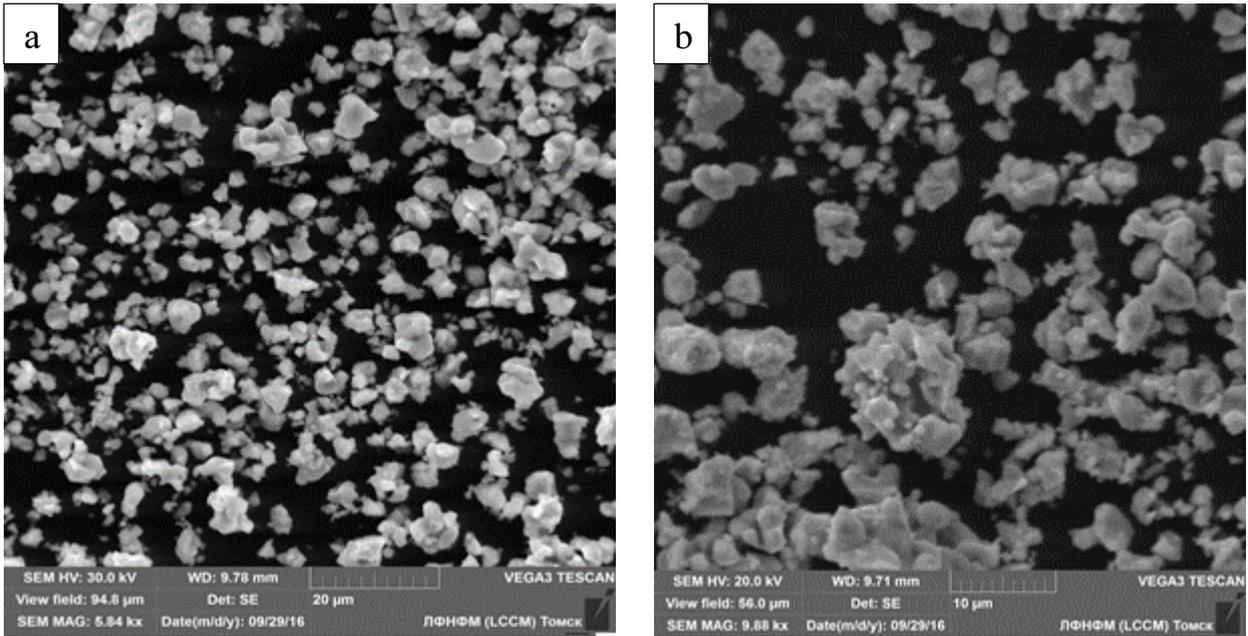


Figure 3.5 – SEM images of rough ZrC powder: a – magnification 5.84kx; b – magnification 9.88 kx

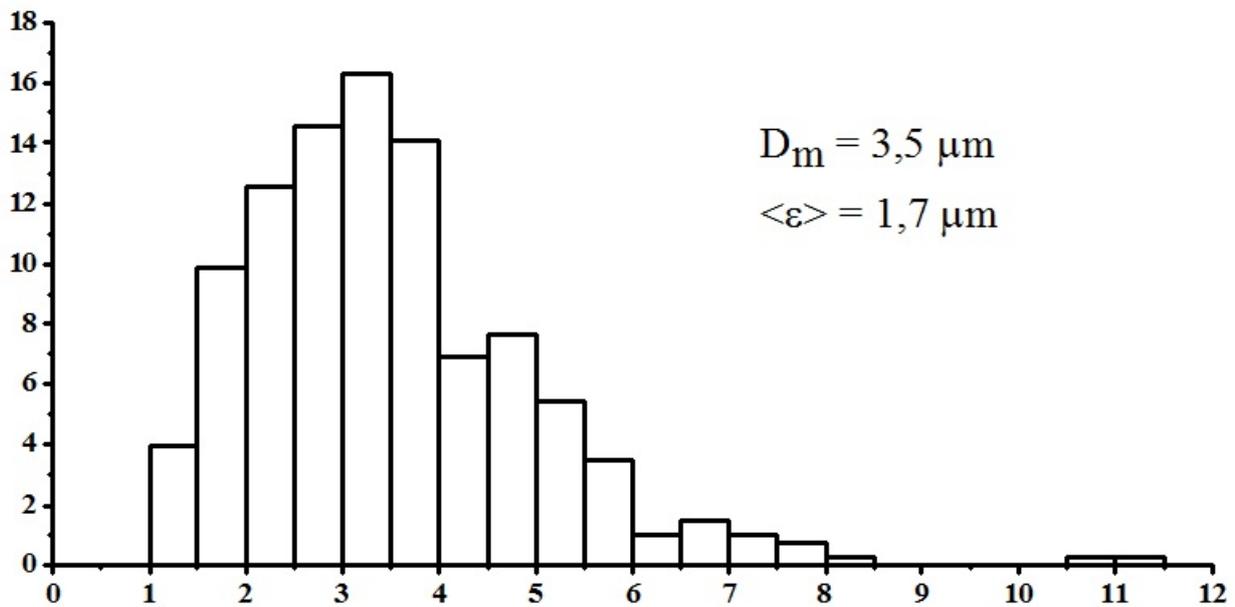


Figure 3.6 – Particle size distribution of rough ZrC powder

Mechanically treated ZrC powder (Figure 3.7) is mainly presented by irregularly shaped particles with a size of 0.3 to 8.1 μm and an average diameter of 1.6 μm . The particle size distribution (Figure 3.8) is unimodal.

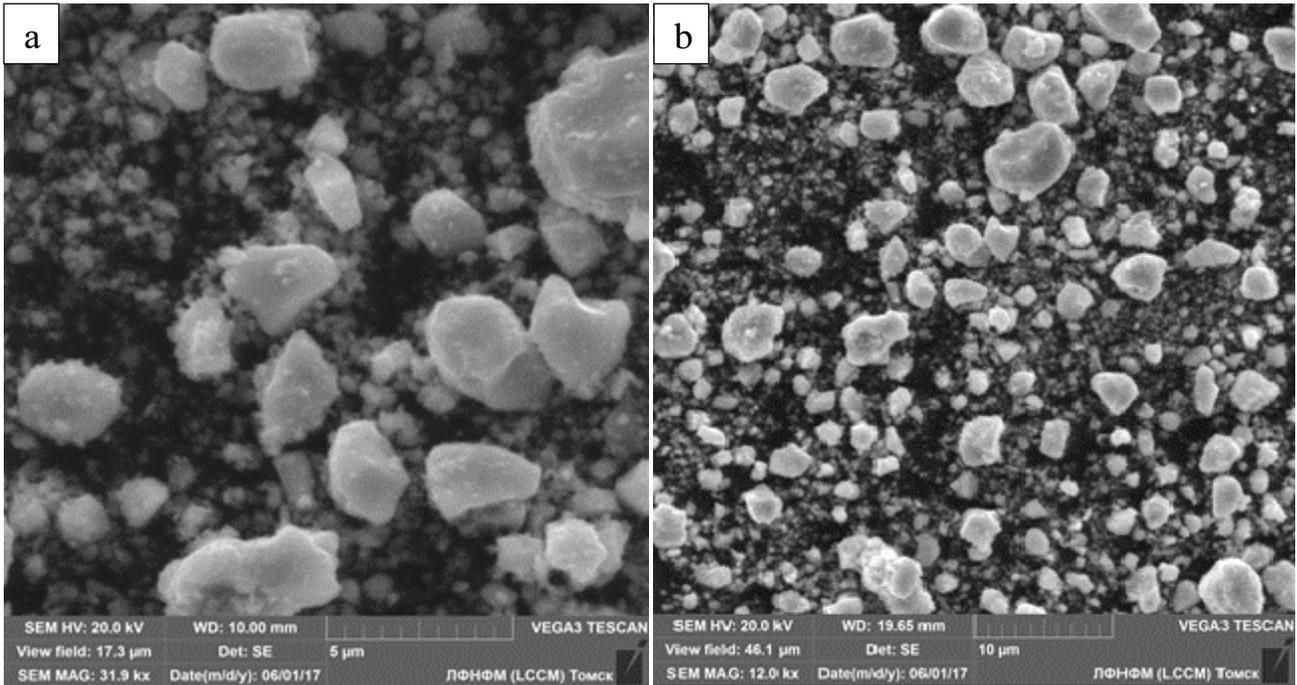


Figure 3.8 – SEM images of rough ZrC powder after mechanical treatment:
 a – 31.9kx magnification; b– 12.0 kx magnification

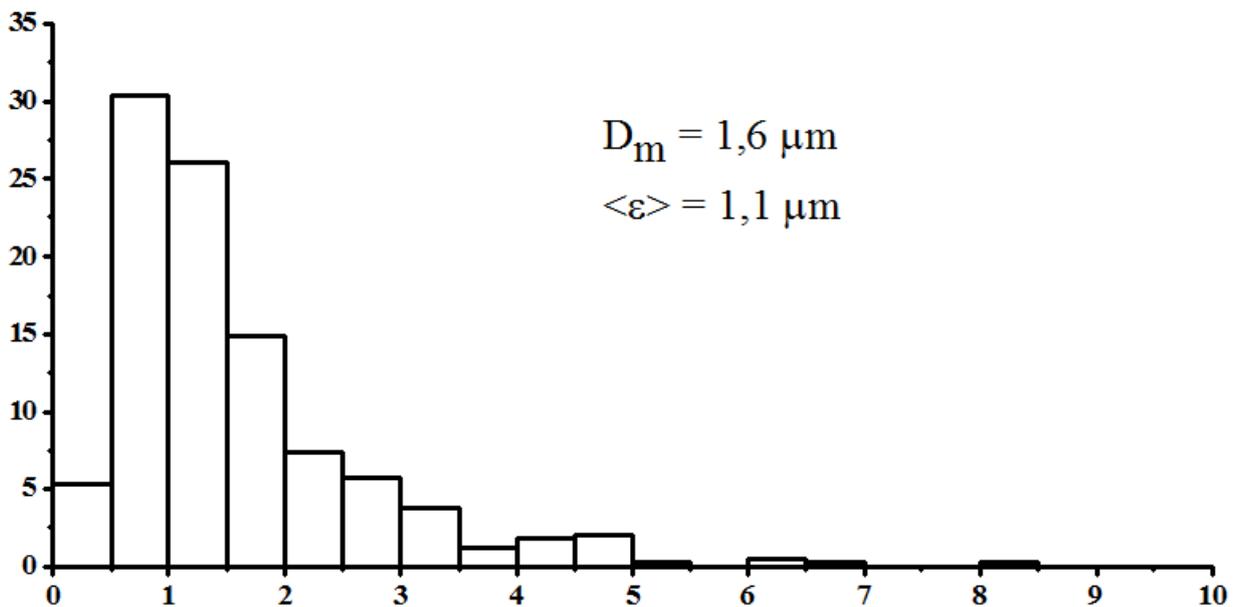


Figure 3.8 – Particle size distribution of rough ZrC powder after mechanical treatment

The main peaks of the FCC-ZrC were revealed in the XRD pattern of the fine powder (Figure 3.9), external phases and impurities were not detected. The lattice period is 0.4694 nm. The CSR of the powder is 35 nm, the distortion equals 2.3×10^{-3} .

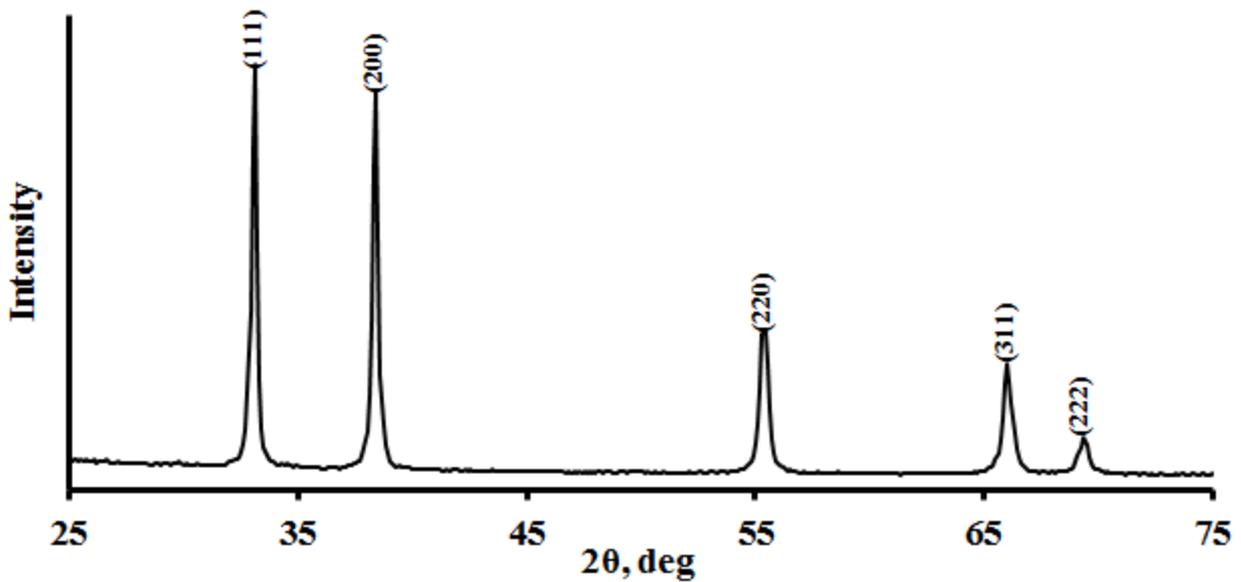


Figure 3.9 – XRD pattern of fine ZrC powder

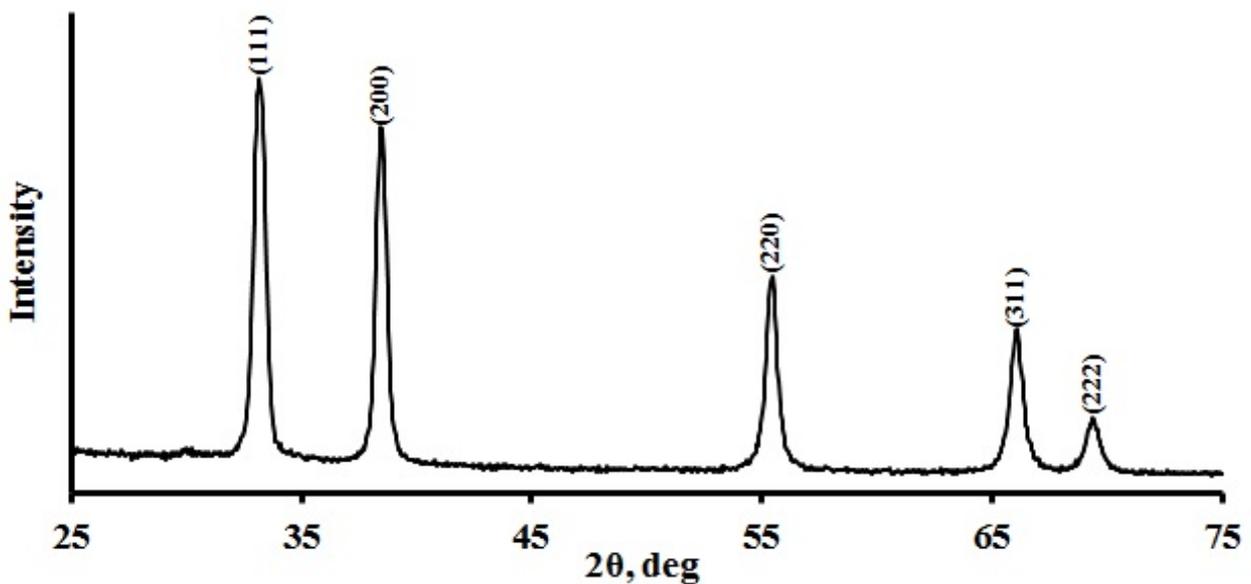


Figure 3.10 – XRD pattern of fine ZrC powder after planetary mill treatment

The fine powder ZrC (Figure 3.11) is mainly represented by particles of irregular shape with a size of 0.2 to 3.0 μm (maximum particle size 9.9 μm) and an average diameter of 1.4 μm . The particle size distribution (Figure 3.12) is unimodal with a rightward shift, the modal diameter is 1.2 μm .

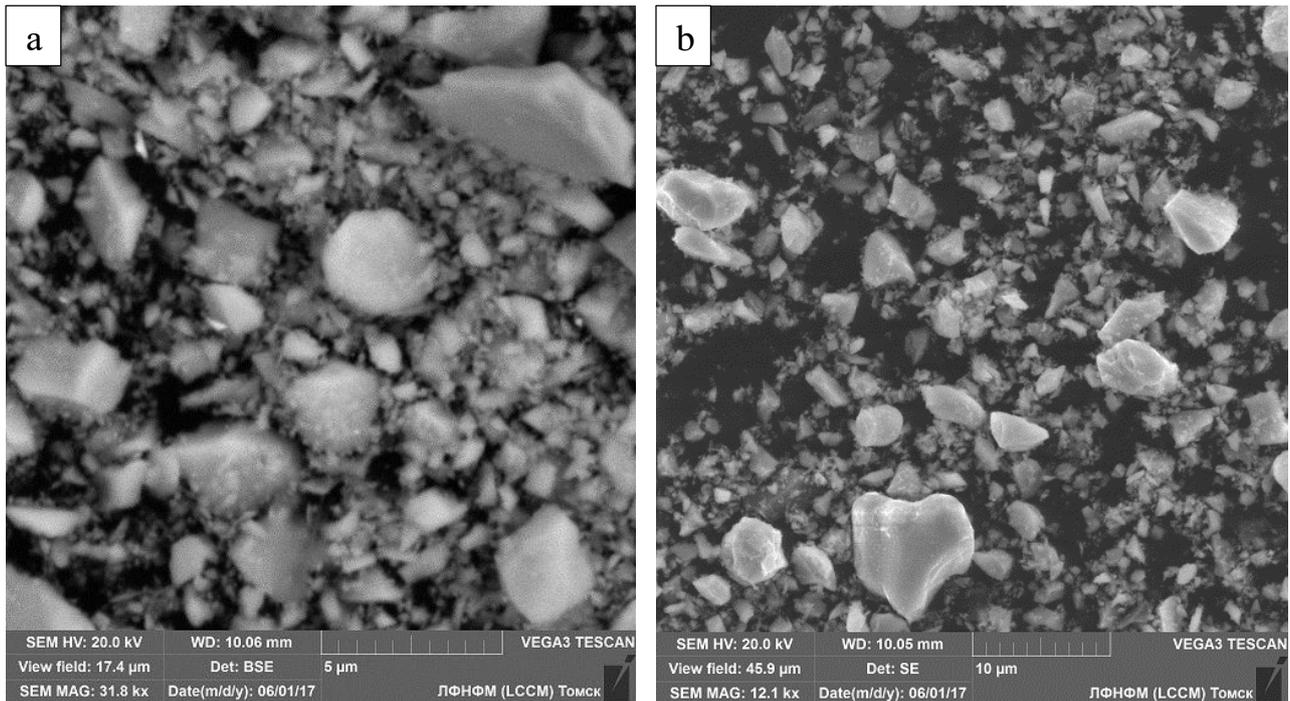


Figure 3.11 – SEM images of fine ZrC powder: a – magnification 31.8 kx; b – magnification 12.1 kx

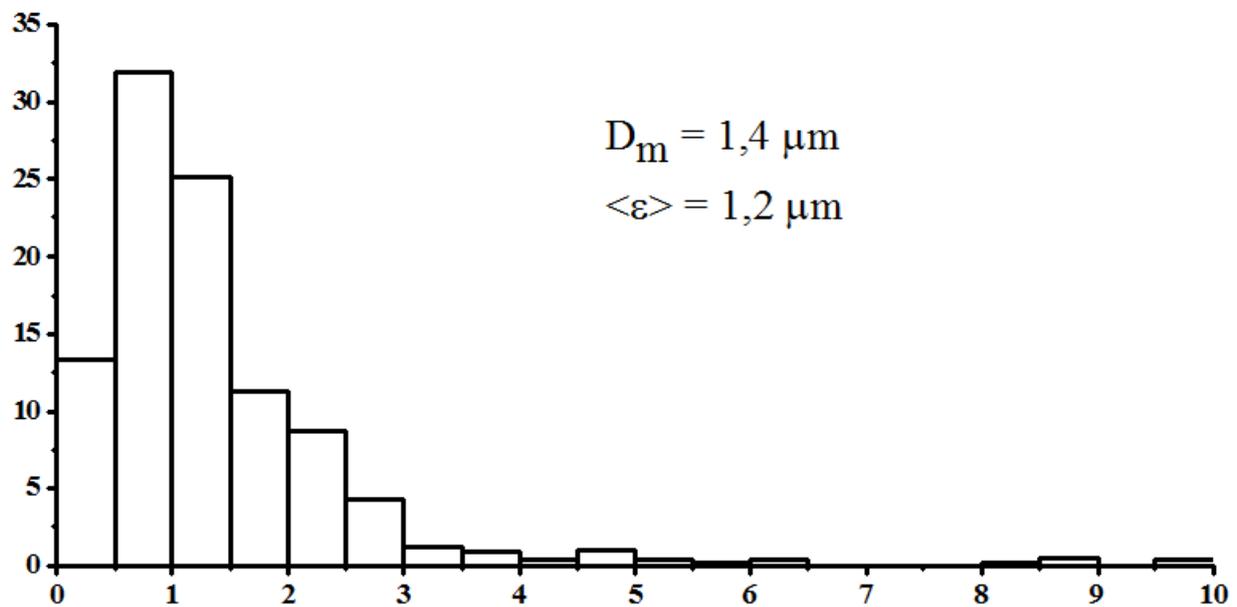


Figure 3.12 – Particle size distribution of fine ZrC powder

The fine powder of ZrC (Figure 3.13) was machined in a planetary mill. Powders are formed by irregularly shaped particles with a size range of 0.3 to 2.5 μm and average diameter of 1.1 μm. The diameter of the agglomerated particles reaches

~ 10 μm , the modal diameter is 0.8 μm . The particle size distribution (Figure 3.14) is of unimodal character with a shift to the right.

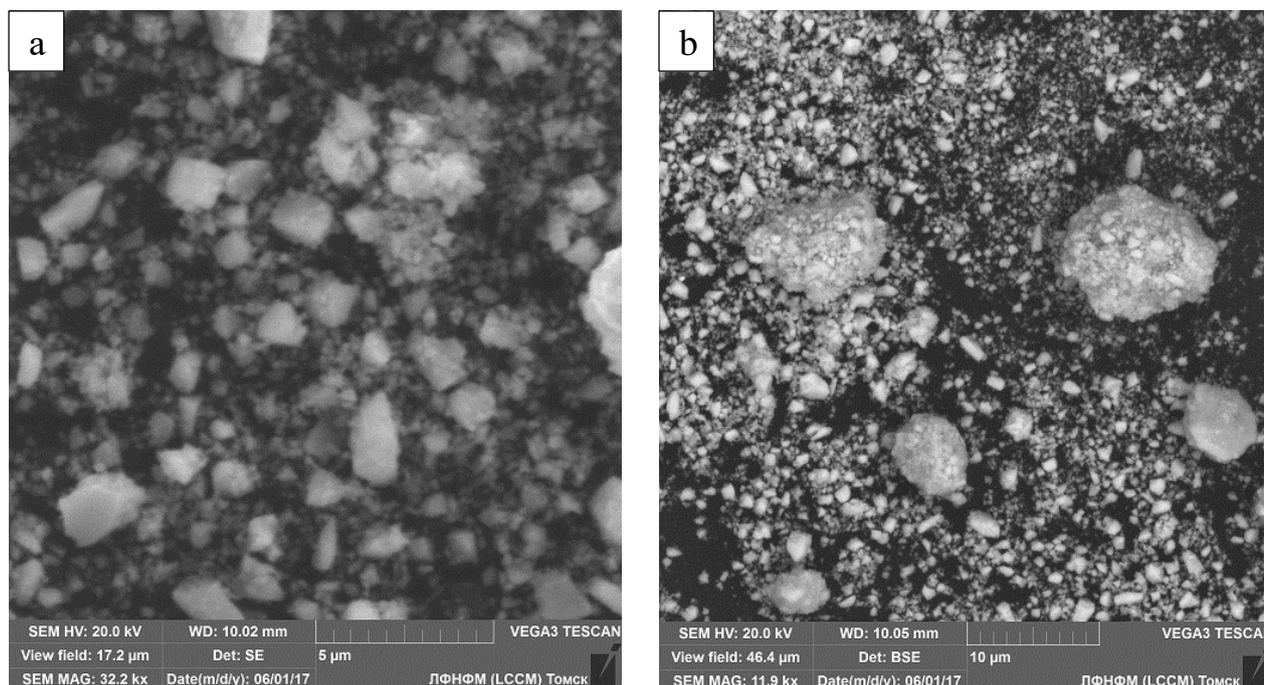


Figure 3.13 – SEM images of fine ZrC powder after mechanical treatment: a – magnification 32.2kx; b – magnification 11.9 kx

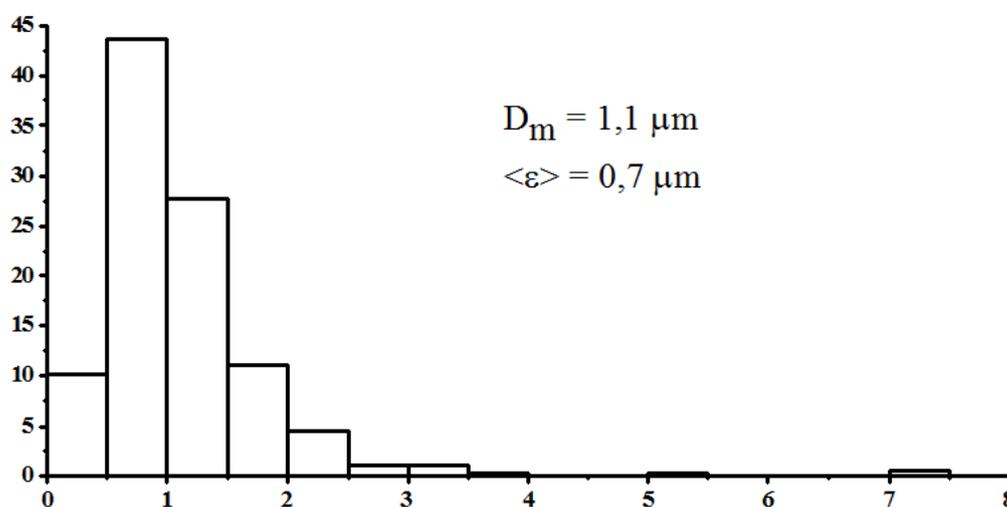


Figure 3.14 – Particle size distribution of fine ZrC powder after mechanical treatment

3.2. Density, phase composition and structure of ZrC/C ceramics

Characteristics of the samples ($r\text{-ZrC} / \text{C}$) obtained from the rough-grained ZrC powder by hot pressing are shown in Table 3.2. The geometric dimensions and masses of the samples were measured, and densities were calculated. The relative

densities were obtained for the comparative characteristics of composite materials as a dependency of the carbon content.

Table 3.2 - Characteristics of ceramics samples r-ZrC/C

W(C), %vol.	m, g	d, mm	h, m	V, cm³	$\rho_{обп}$, g/cm³	ρ_T, g/cm³	$\rho_{отн}$, g/cm³
0	4.45	15.31	4.26	0.78	5.67	6.73	0.84
1	4.71	14.65	4.94	0.83	5.66	6.68	0.85
3	4.19	15.01	4.33	0.77	5.47	6.58	0.83
5	4.44	14.38	5.01	0.81	5.46	6.49	0.84
10	4.50	15.23	5.01	0.91	4.93	6.24	0.79
15	4.13	14.55	5.31	0.88	4.68	6.00	0.78

The relative density of the obtained composite materials reduced from 0.84 to 0.78 with an increase volume fraction of carbon in the mixture from 0 to 15%vol. (Figure 3.15), respectively.

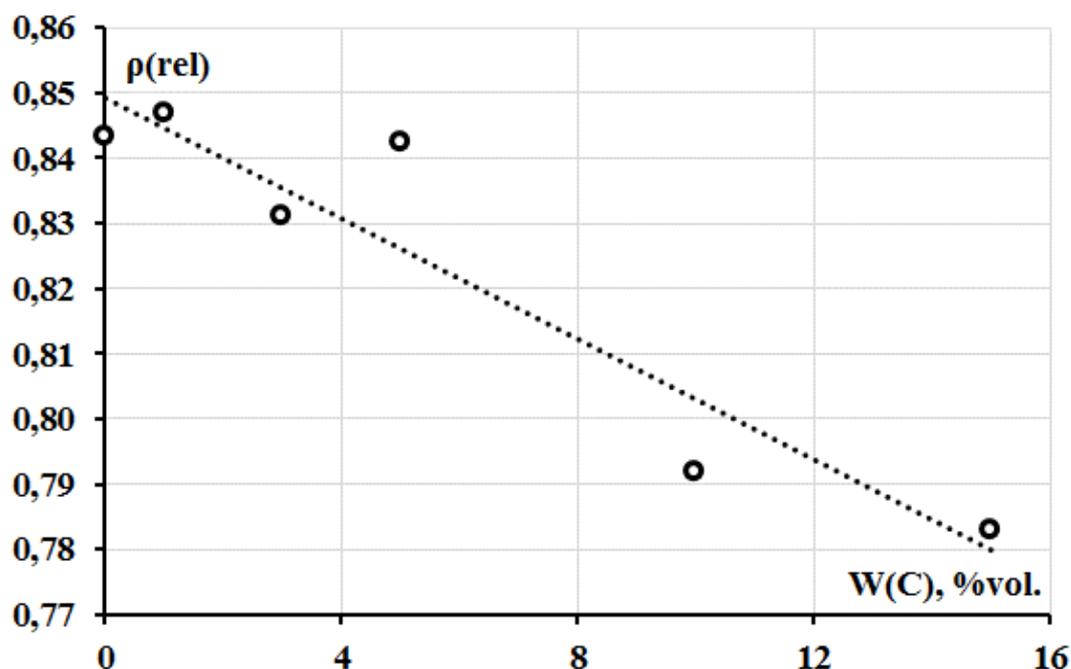


Figure 3.15 – Relative density variation of the obtained ceramics r-ZrC / C from the volume fraction of carbon

XRD analysis (Figure 3.16) of the r-ZrC/C samples showed the presence of only the ZrC carbide phase, there were no vividly expressed carbon peaks. The most of the carbon is in the amorphous condition, and is represented on the roentgenogram as a general background.

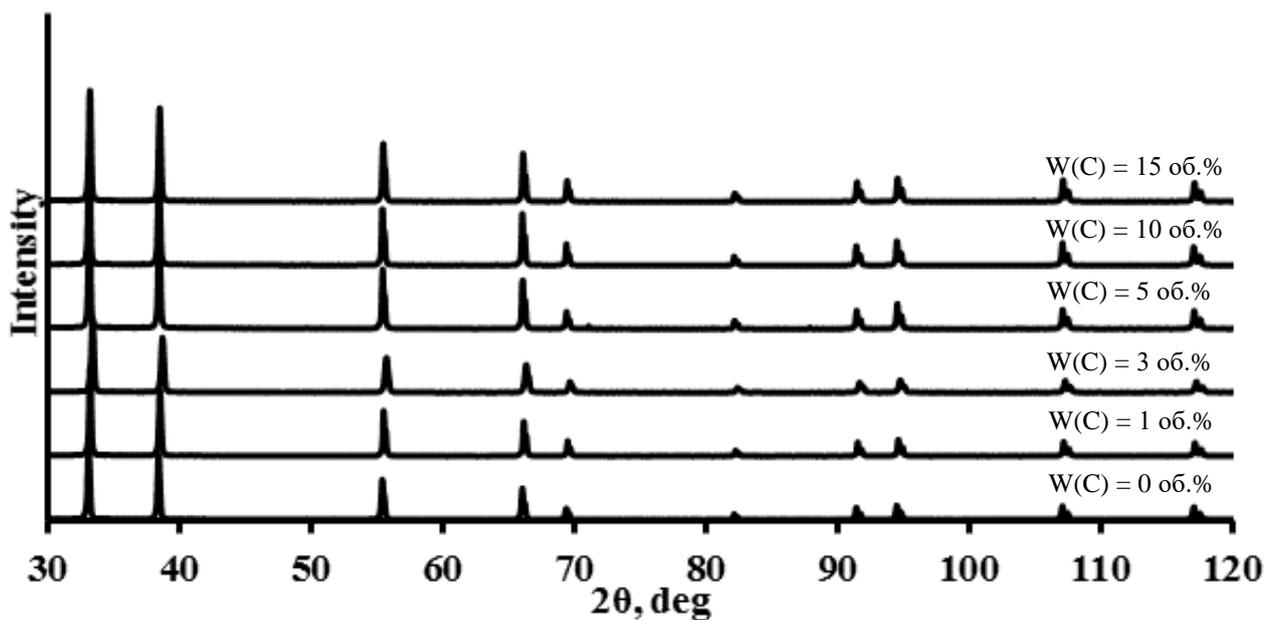


Figure 3.16 - X-ray diffraction patterns of composite ceramics r-ZrC/C

The value of the coherent scattering region (CSR) increases in the material composition from 62 to 77 nm with an increasing volume fraction of carbon.

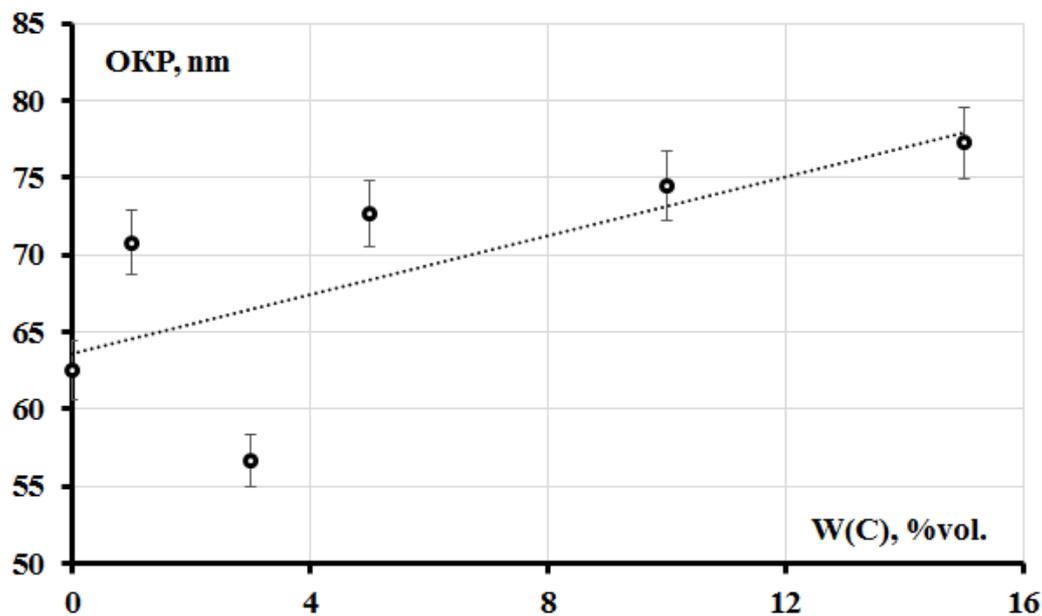


Figure 3.17 – Dependence of the CSR value of r-ZrC / C samples on carbon content

The distortion value of sample crystal lattice lies in the range $0.47-0.54 \times 10^{-3}$.

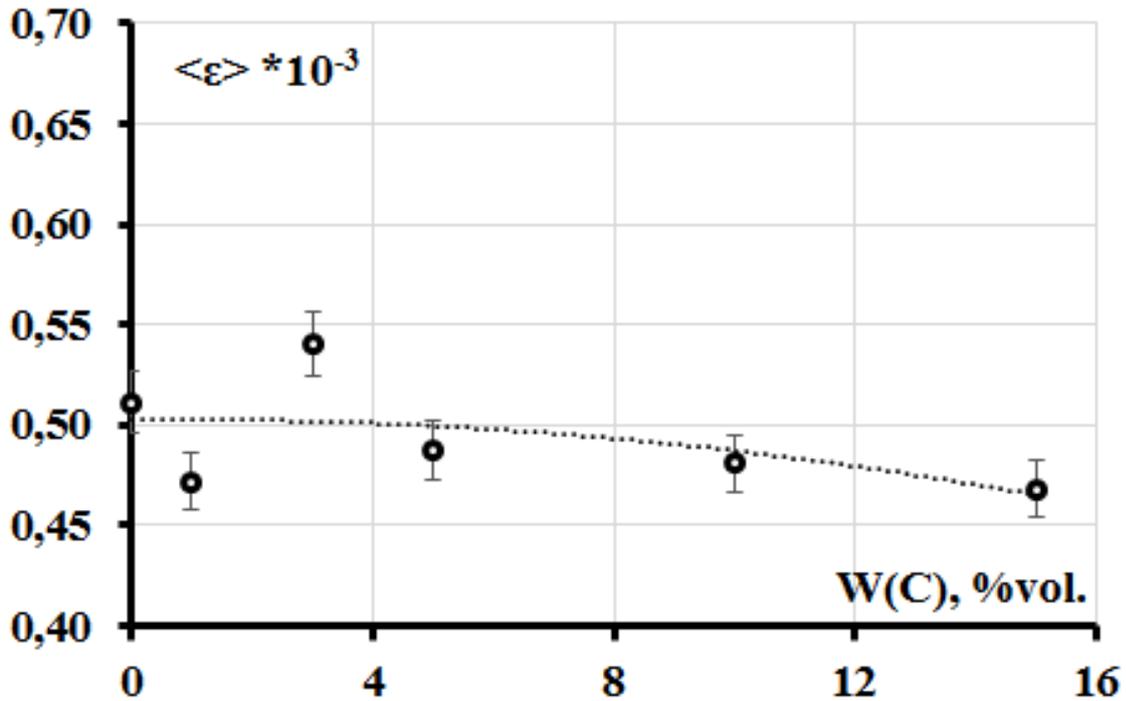


Figure 3.18 – Dependence of distortion value of crystallites of r-ZrC/C samples on carbon content

Carbon quantity increase results in the reduction of crystal lattice period from 4.6876 to 4.6760 Å (Figure 3.19) for the samples containing 0 and 5 %vol., respectively. The lattice parameter of the sample 10% is 4.6872 Å; 15% by volume - 4.684 Å.

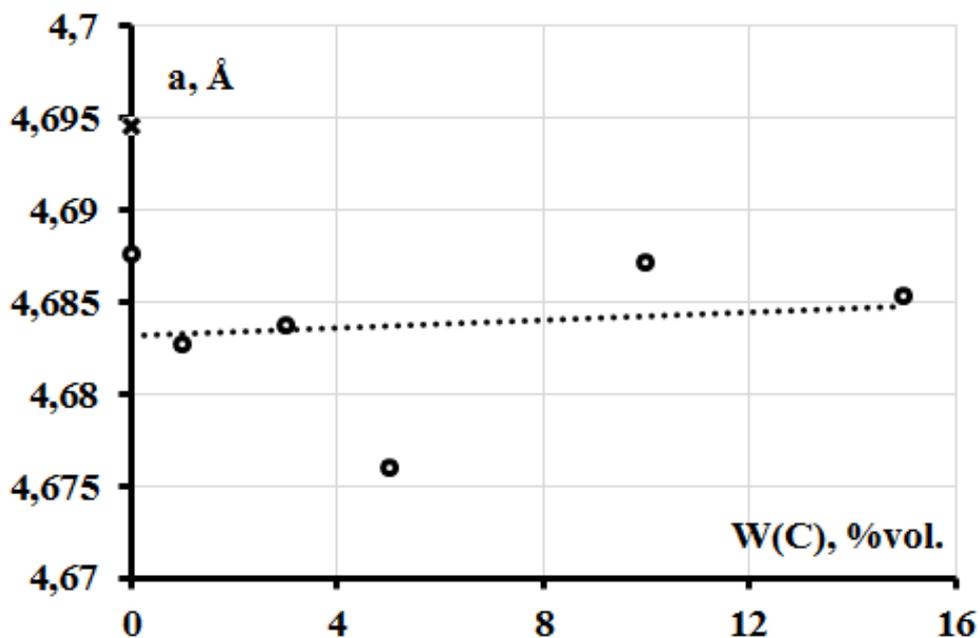


Figure 3.19 – Crystal parameters dependency of r-ZrC/C samples from carbon content

Characteristics of mr-ZrC/C samples are presented in Table 3.3, which has been obtained from planetary mill machined rough powders. Similar measurements have been performed, the relative density dependence on carbon content graph is shown below.

Table 3.3 - Characteristics of ceramic samples mr-ZrC/C

W(C), vol.%	m, g	d, mm	h, m	V, cm³	$\rho_{\text{обп}}$, g/cm³	ρ_{T}, g/cm³	ρ_{OTH}, g/cm³
0	3.36	14.44	3.69	0.60	5.56	6.73	0.83
1	3.84	14.58	4.05	0.68	5.68	6.68	0.85
3	4.35	14.50	4.65	0.77	5.67	6.58	0.86
5	3.39	14.46	3.74	0.61	5.52	6.48	0.85
10	3.66	14.58	4.25	0.71	5.16	6.23	0.83
15	3.56	13.93	4.71	0.72	4.96	5.98	0.83

The relative density of mr-ZrC/C samples did not decrease with increasing carbon content (Figure 3.20). For samples with a carbon content of 1, 3, 5 vol%, the relative density varies in the range of 0.85-0.86; and for samples with a content of 0, 10, vol.15 % it is about 0.83.

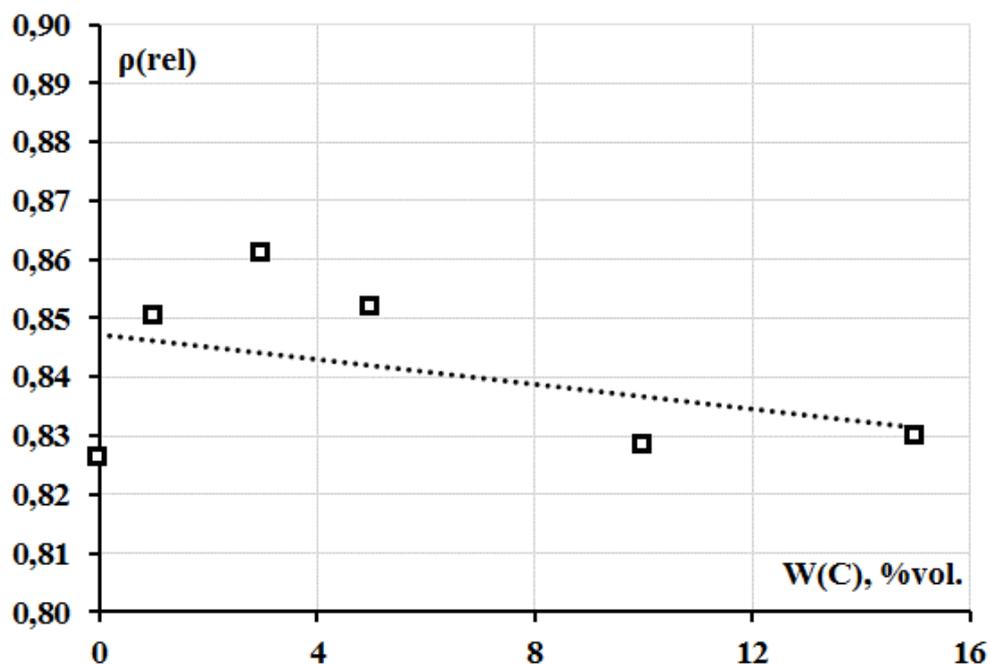


Figure 3.20 – Relative density variation of the obtained ceramics mr-ZrC/C depending on the volume fraction of carbon

The XRD patterns of the mr-ZrC/C samples are similar to previous pattern (Figure 3.16), the specimens synthesized from the powders after mechanical treatment. Clearly expressed zirconium carbide peaks are observed (Figure 3.21). Carbon peaks are not detected.

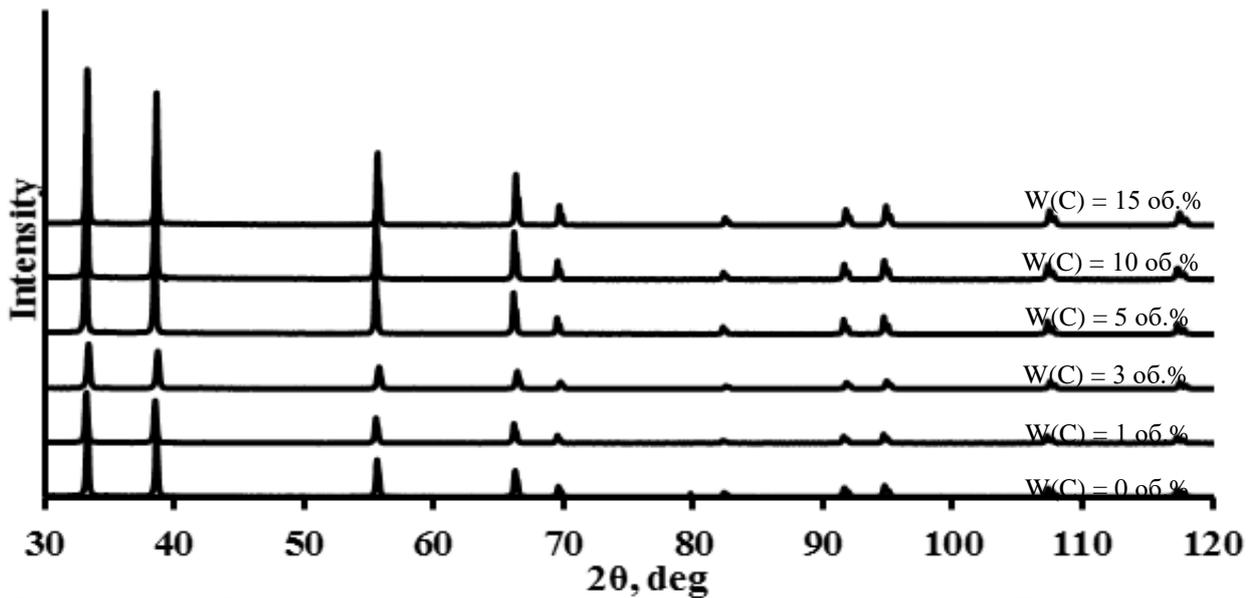


Figure 3.21 – X-ray diffraction patterns of composite ceramics mr-ZrC/C

CSR value variation character for mr-ZrC/C samples is similar to those whose powders were not pre-machined. CSR have grown up from 52 to 68 nm as the carbon content increases.

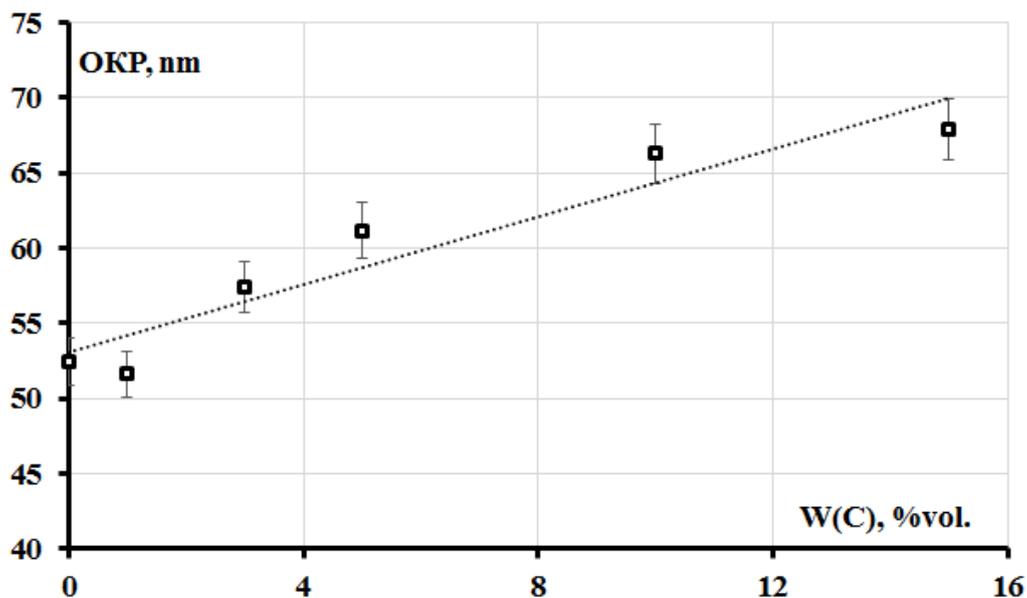


Figure 3.22 – Dependence of the CSR value of mr-ZrC / C samples on carbon content

The distortion value of sample crystal lattice lies in the range $0,59-0,87 \cdot 10^{-3}$.

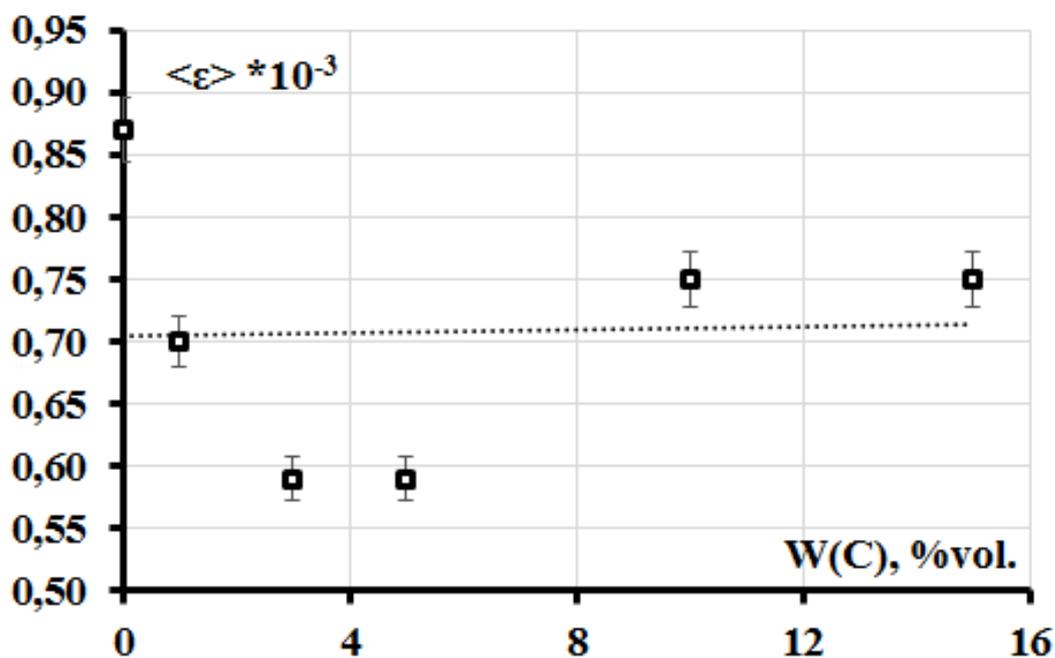


Figure 3.23 –Distortion value of crystallites of mr-ZrC/C samples depending on carbon content

An obvious change in the lattice period with an increase in the C content is not revealed, the value of this parameter for all mr-ZrC/C samples is in the range $4.6722-4.6833 \text{ \AA}$

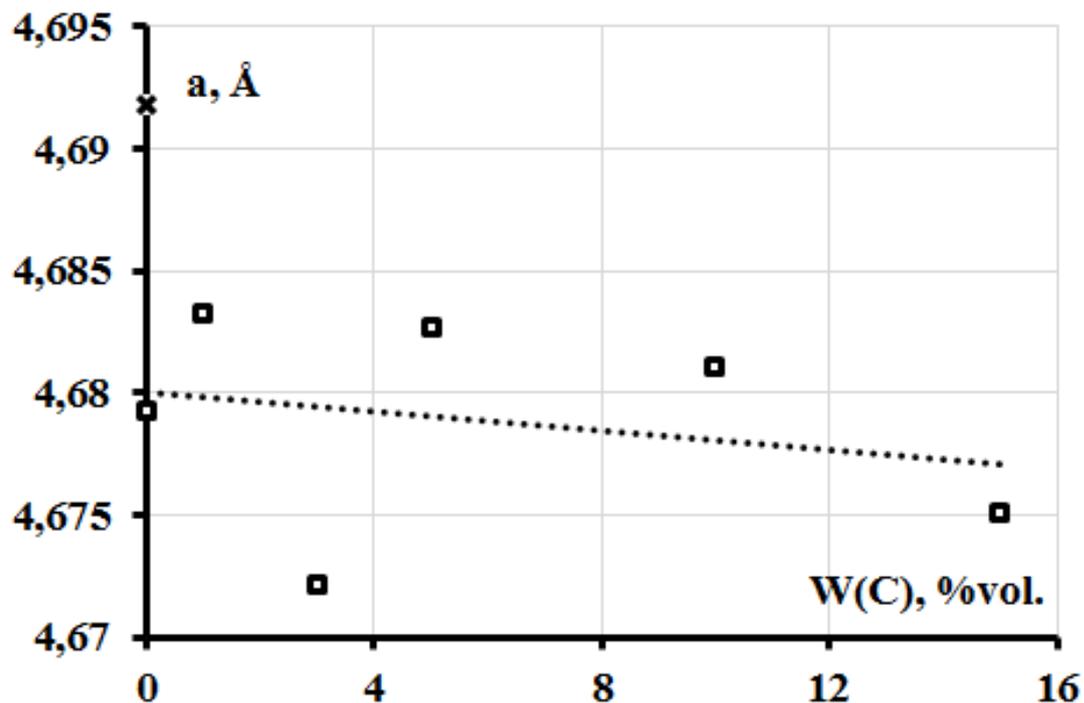


Figure 3.24 – Crystal parameters of mr-ZrC/C samples depending on carbon content

Samples obtained using fine dispersed (f-ZrC) zirconium carbide powder exhibit an increase in the density of the resulting composites. The geometric dimensions and masses of the samples were measured, and their densities were calculated (Table 3.4).

Таблица 3.4 – Characteristics of f-ZrC/C ceramic samples

W(C), %vol.	m, g	d, mm	h, m	V, cm ³	$\rho_{обп}$, g/cm ³	ρ_T , g/cm ³	$\rho_{отн}$, g/cm ³
0	3.65	14.46	3.68	0.60	6.04	6.73	0.90
1	4.73	14.72	4.43	0.75	6.27	6.68	0.94
3	4.58	14.69	4.35	0.74	6.21	6.58	0.94
5	4.37	14.76	4.30	0.74	5.94	6.49	0.92
10	4.06	14.66	4.27	0.72	5.63	6.24	0.90
15	4.27	14.58	5.24	0.87	4.88	6.00	0.82

The relative density of compacts (Figure 3.25) f-ZrC / C is in the range 0.90-0.94, excluding the sample containing 15 %vol. C, whose relative density is 0.82. Increasing the dispersion of the powder helps to reduce the number of voids in the resulting composites.

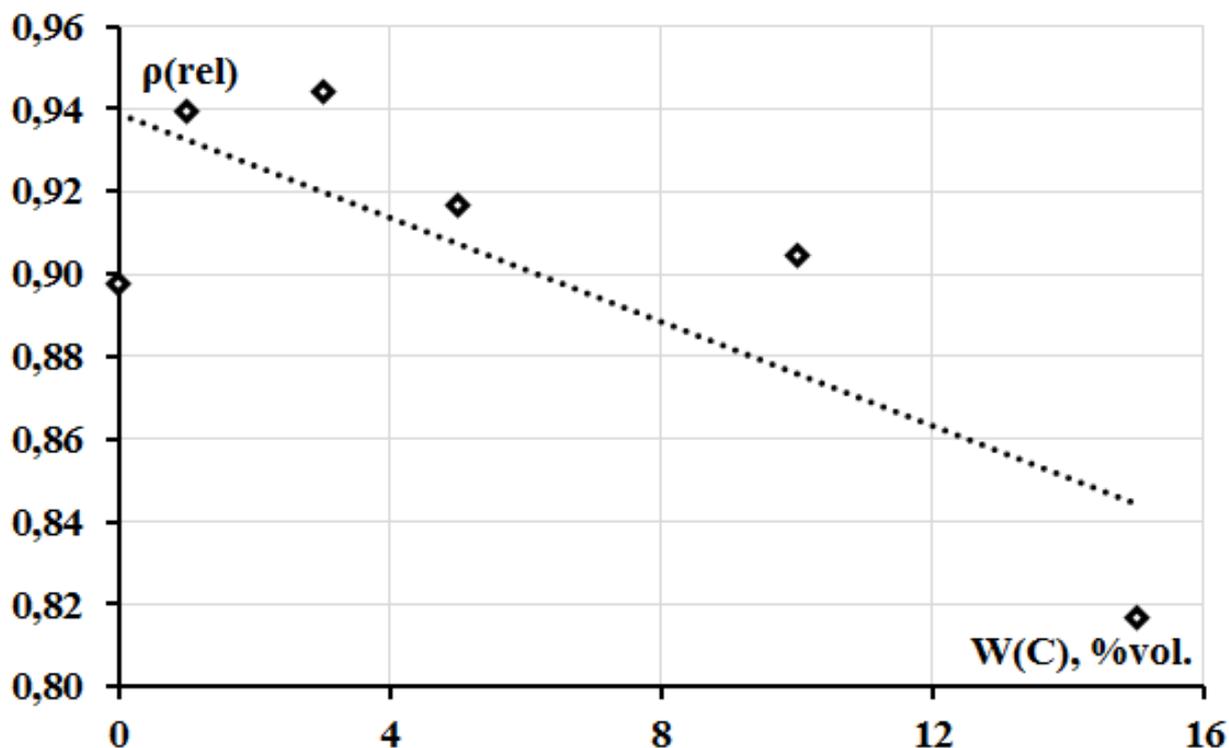


Figure 3.25 – Crystal parameters of f-ZrC/C samples depending on C content

Mechanical processing of powder mixtures of fine zirconium carbide and carbon did not lead to a significant change in the relative density of the samples. Composites containing 0-5%vol. of carbon have a relative density of 0.91-0.95. The relative density is 0.89 and 0.87 for samples containing 10 and 15 vol.% carbon, respectively.

Table 3.5 - Characteristics of mf-ZrC/C ceramic samples

W(C), %об.	m, g	d, mm	h, mm	V, cm ³	ρ _{обп} , g/cm ³	ρ _т , g/cm ³	ρ _{отн} , g/cm ³
0	4.62	14.79	4.38	0.75	6.14	6.73	0.91
1	4.69	14.74	4.37	0.75	6.29	6.68	0.94
3	4.60	14.76	4.28	0.73	6.28	6.58	0.95
5	4.62	14.70	4.46	0.76	6.10	6.49	0.94
10	4.45	14.76	4.70	0.80	5.53	6.24	0.89
15	3.35	14.58	3.85	0.64	5.21	6.00	0.87

The dependence of the relative density of f-ZrC/C samples is presented in Figure 3.26.

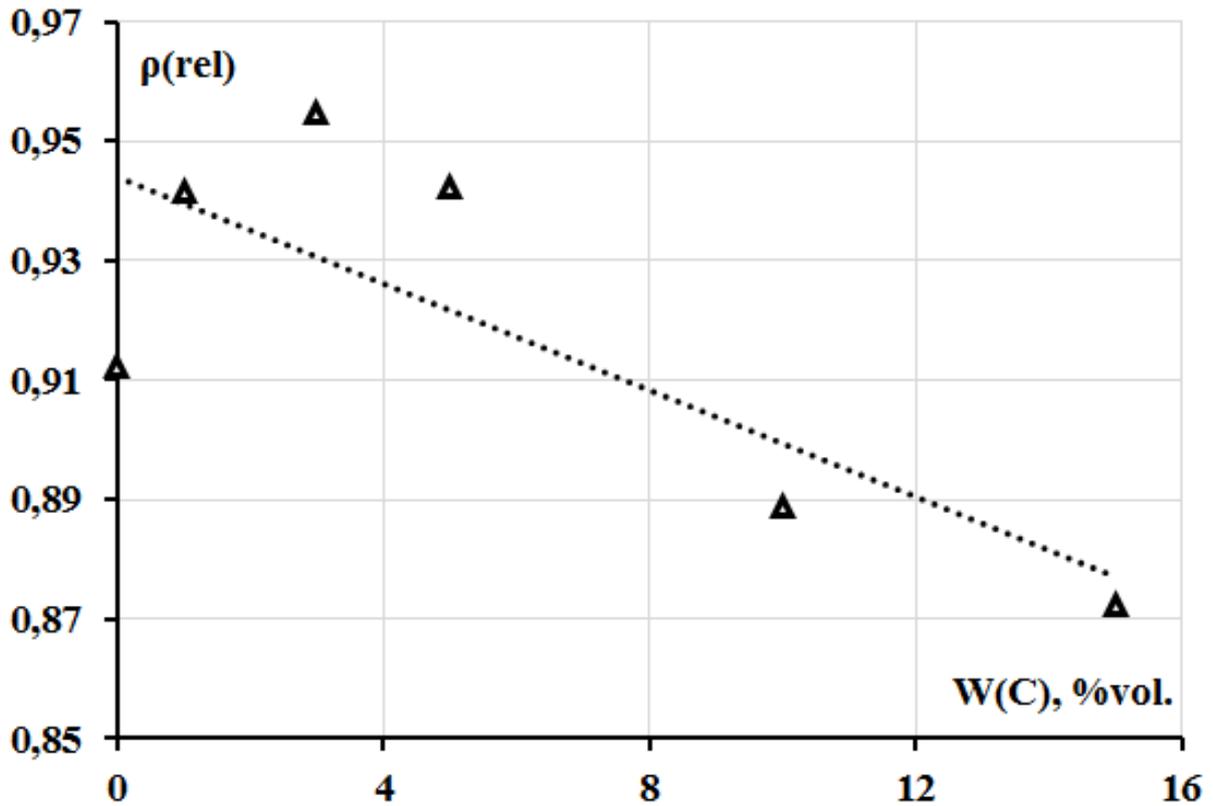


Figure 3.26 – Crystal parameters of mf-ZrC/C samples depending on C content

3.3. Mechanical properties of composite ceramics ZrC/C

Studies of mechanical properties have shown linear decrease in hardness from 10.9 to 4.5 GPa with increasing the volume fraction C in the r-ZrC/C composite (Figure 3.27).

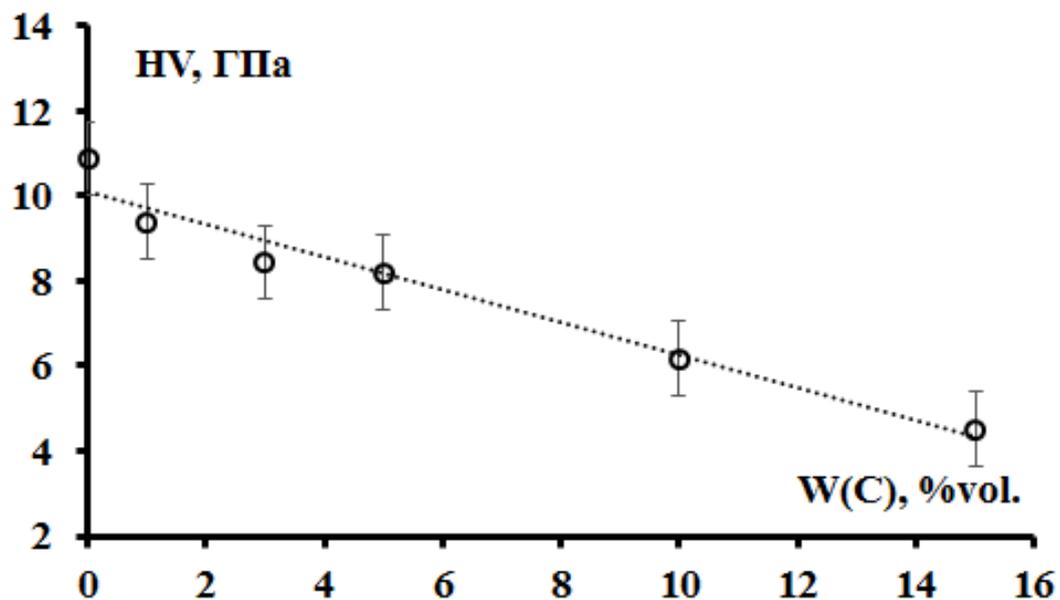


Figure 3.27 – Carbon content effect on ceramic r-ZrC/C hardness

The diametrical compression strength of ZrC/C composite samples decreases from 233, with a volume fraction of carbon of 1 %vol., to 56 MPa, for carbon 15%vol.

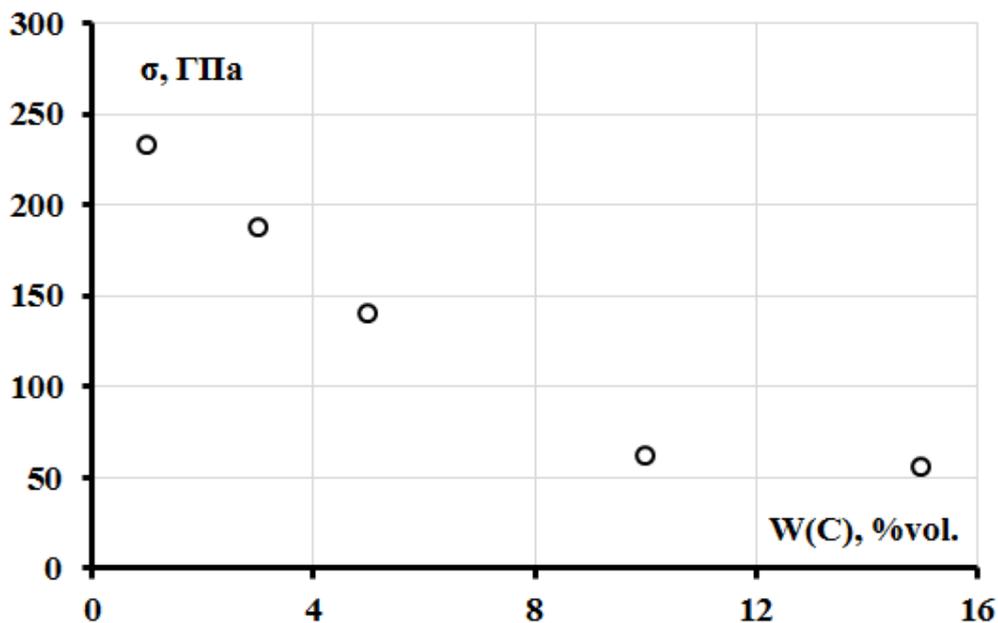


Figure 3.28 – Carbon content effect on ceramic r-ZrC/C strength

Investigations of mr-ZrC/C ceramic mechanical characteristics showed hardness rising from 7.7 to 9.5 GPa in the C content range 0-3% C and further reduction to 2.8 GPa with a C content 15 %vol. (Figure 3.29).

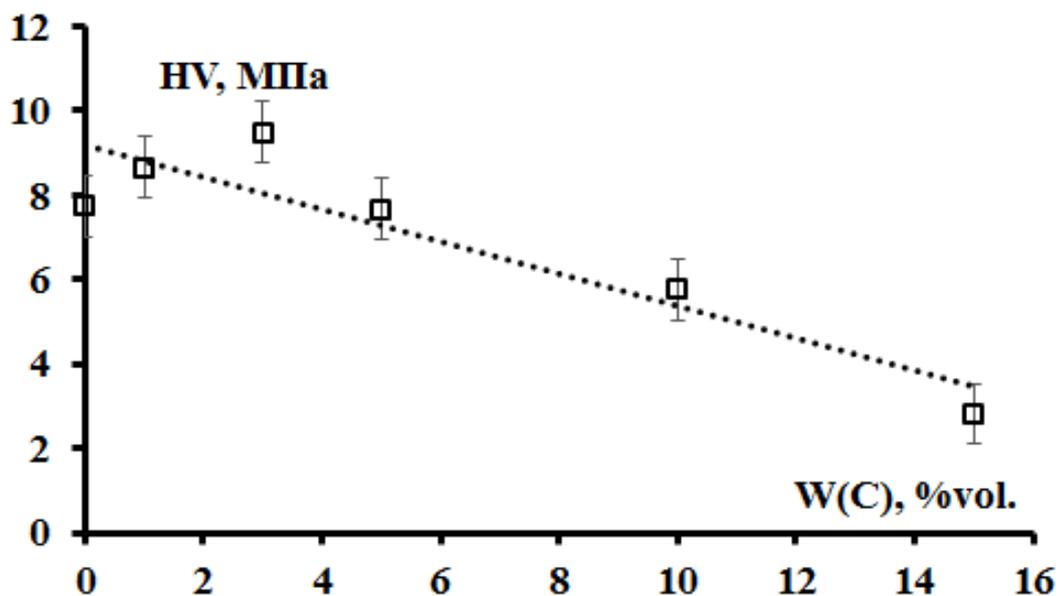


Figure 3.29 – Carbon content effect on ceramic mr-ZrC/C hardness

The diametrical compression strength of ZrC/C composite samples decreases from 305, with a volume fraction of carbon of 1 %vol., to 6 MPa, for carbon 15% vol.

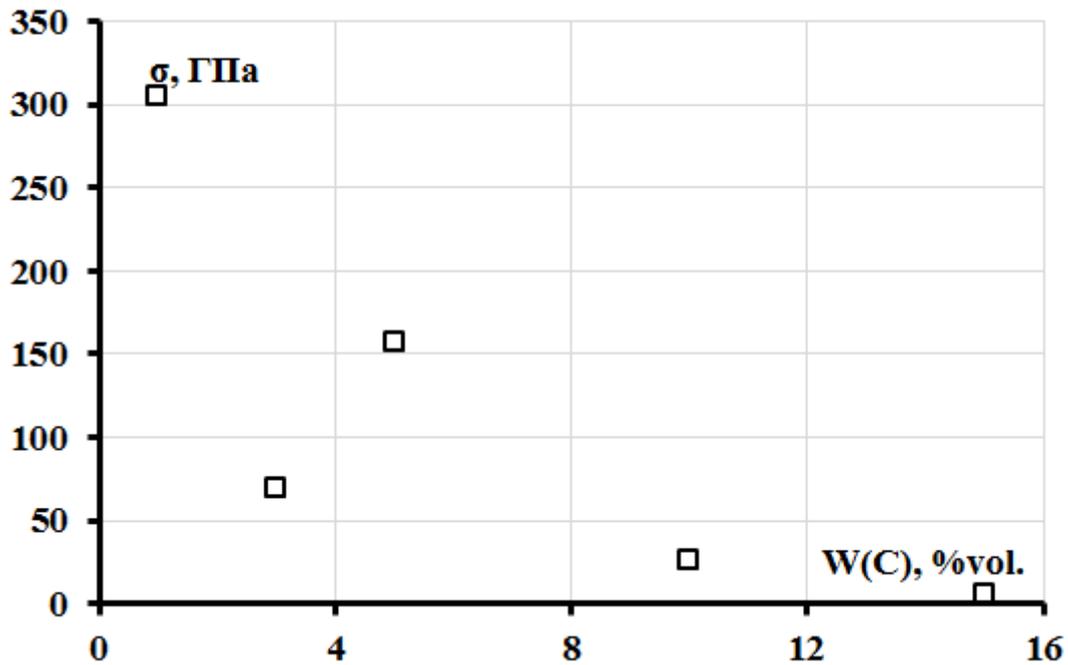


Figure 3.30 – Carbon content effect on ceramic m-ZrC/C strength

The hardness of f-ZrC/C composites obtained from fine-grained ZrC powder varies in the range 11.78-12.97 GPa for samples 0-5% vol. C, then decreases to 9.88 and 4.20 GPa with a C content of 10 and 15% vol., respectively (Figure 3.31).

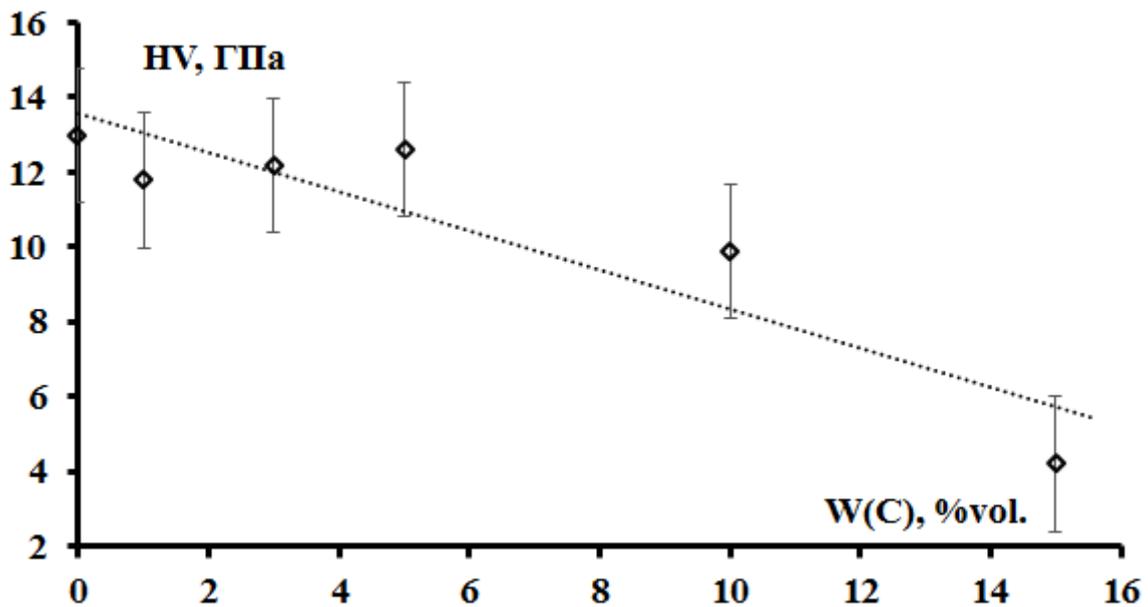


Figure 3.31 – Carbon content effect on ceramic f-ZrC/C hardness

The mechanical treatment of fine powders makes possible to obtain mf-ZrC/C ceramics with a hardness in the range 10.43-13.47 GPa with a carbon additive content of 0-5 % vol. and a value of 8.57 GPa at 10 vol% C and 3.70 GPa at 15 % vol. (Figure 3.33)

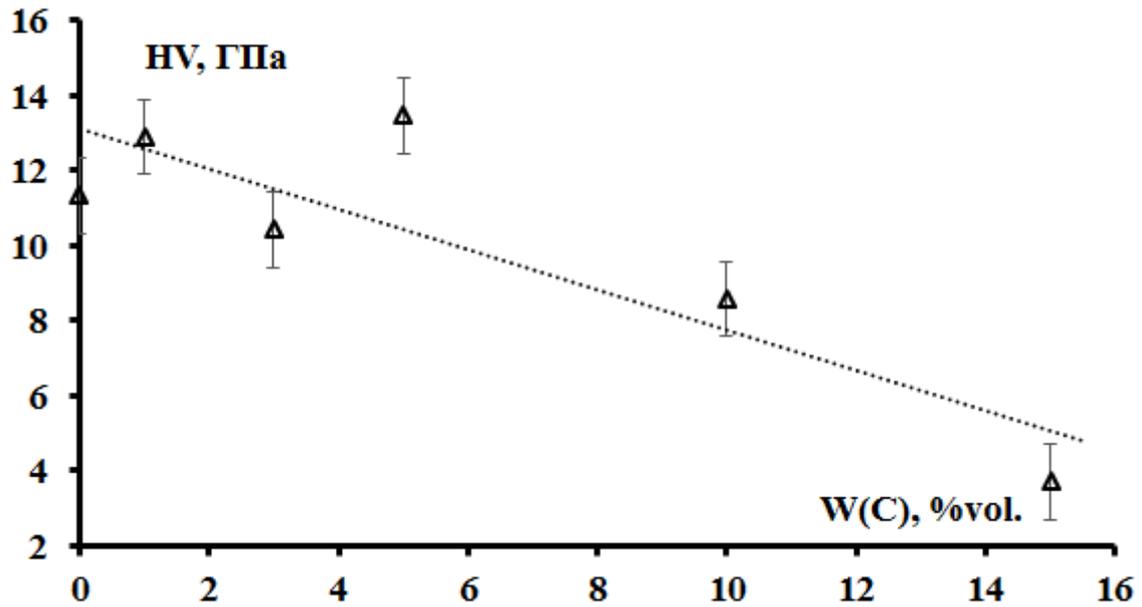


Figure 3.33 – Carbon content effect on ceramic mf-ZrC/C hardness